

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-166128

(43) 公開日 平成11年(1999) 6月22日

(51) Int. Cl.⁶
 C 0 9 B 67/22
 B 0 5 D 7/24
 C 0 8 K 5/3437
 C 0 9 B 67/20

識別記号

3 0 3

F I

C 0 9 B 67/22 D
 B 0 5 D 7/24 3 0 3 E
 C 0 8 K 5/3437
 C 0 9 B 67/20 Z
 L

審査請求 未請求 請求項の数12 O L (全 13 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平10-56934
 (22) 出願日 平成10年(1998) 3月9日
 (31) 優先権主張番号 1 9 7 0 9 7 9 8 : 7
 (32) 優先日 1997年3月10日
 (33) 優先権主張国 ドイツ (D E)

(71) 出願人 597109656
 クラリアント・ゲゼルシャフト・ミト・ベ
 シュレンクテル・ハフツング
 ドイツ連邦共和国、65929 フランクフル
 ト・アム・マイン、ブリューニングストラ
 ーセ、50.
 (72) 発明者 マンフレート・ウルバン
 ドイツ連邦共和国、65205 ウィースパー
 デン、シュタイガーヴァルトストラーセ、
 2アー
 (74) 代理人 弁理士 江崎 光史 (外2名)

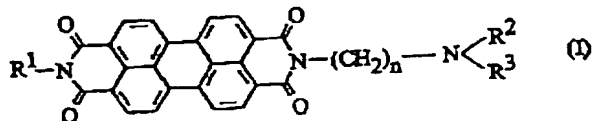
最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 顔料配合物およびその製造方法

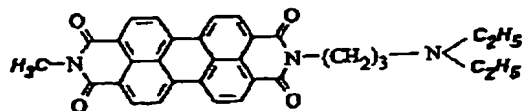
(57) 【要約】 (修正有)

【課題】 新規の顔料配合物を提供する。

【解決手段】 a) ペリレン、ペリノン、キナクリドン、
 アゾ、ベンゾイミダゾロン、アントラキノンまたはアン
 タントロン顔料からなる群から選択された少なくとも一
 種の有機顔料、およびb) 下記一般式(I)



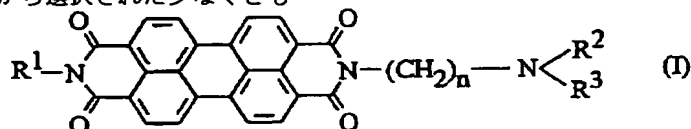
具体的には、例えば



で表される少なくとも一種の顔料分散剤を含有する顔料
 配合物。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 a)ペリレン、ペリノン、キナクリドン、アゾ、ベンゾイミダゾロン、アントラキノンはアンタントロン顔料からなる群から選択された少なくとも一



(式中、R¹は、水素原子、ヒドロキシル、アミノまたは1～8個の炭素原子を有するアルキル基であり、これは1～4個の塩素または臭素原子、フェニル、シアノ、ヒドロキシル、カルバモイル、C₂-C₄-アシルまたはC₁-C₄-アルコキシ基によって任意に置換されていてもよい、またはパーフルオロ化または部分的にフッ素化されており、R²およびR³は、互いに無関係に、水素原子、置換または非置換のまたは部分的にフッ素化されているかまたはパーフルオロ化された1～20個の炭素原子を有するアルキル基または置換または非置換のまたは部分的にフッ素化されているかまたはパーフルオロ化された2～20個の炭素原子を有するアルケニル基であり、その際置換基はヒドロキシル、フェニル、シアノ、塩素、臭素、C₂-C₄-アシルまたはC₁-C₄-アルコキシであることができる、またはR²およびR³は、窒素原子と一緒に、飽和、不飽和または芳香族ヘテロ環を形成し、これは任意にさらに窒素、酸素または硫黄原子を環中に含有していてもよく、そしてnは、1～6の数である)で表される少なくとも一種の顔料分散剤を含有する顔料配合物。

【請求項2】 R¹が、水素原子、ベンジル、またはC₁-C₆-アルキル基、またはヒドロキシル、アミノ、アセチル、メトキシ、エトキシ、塩素および臭素からなる群から選択された1または2個の置換基により置換されたC₂-C₆-アルキル基であり、R²およびR³が、互いに無関係に、水素原子、C₁-C₆-アルキル基、またはヒドロキシル、アセチル、メトキシ、エトキシ、塩素および臭素からなる群から選択された1または2個の置換基により置換されたC₁-C₆-アルキル基であるか、またはR²およびR³が、隣接する窒素原子と一緒に、イミダゾリル、ピペリジニル、モルホリニル、ピペコリニル、ピロリル、ピロリジニル、ピラゾリルまたはピペラジニル環を形成し、そしてnが、2または3の数である請求項1に記載の顔料配合物。

【請求項3】 R¹が、メチルまたはエチル基であり、R²およびR³が、それぞれメチルまたはエチル基であり、そしてnが、3である請求項1または2に記載の顔料配合物。

【請求項4】 R¹が、水素原子またはヒドロキシエチレン基であり、R²およびR³が、それぞれメチルまたはエチル基であるか、またはR²およびR³が、隣接する窒素原子と一緒に、イミダゾリルまたはモルホリニル基を形成し、そしてnが、3である請求項1または2に記載

種の有機顔料、および

b)下記一般式(I)

【化1】

の顔料配合物。

【請求項5】 a)99.5～80重量%の、ペリレン、ペリノン、キナクリドン、ベンゾイミダゾロン、アゾ、アントラキノンはアンタントロン顔料からなる群から選択された少なくとも一種の有機顔料、

b)0.5～20重量%、好ましくは1～10重量%の式(I)で表される少なくとも一種のペリレン化合物、

c)0～10重量%の界面活性剤および

d)0～10重量%の通常の添加剤

(ここで個々の成分の割合は配合物の全体の重量(100重量%)を基準とする)を含有する請求項1～4のいずれかに記載の顔料配合物。

【請求項6】 請求項1～5のいずれかに記載の顔料配合物を製造する方法において、式(I)の顔料分散剤と有機顔料とをその製造工程の所望の時点で互いに作用させることからなる上記方法。

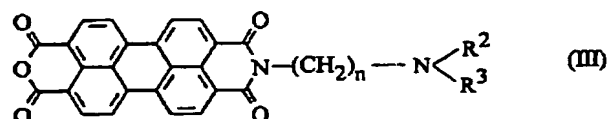
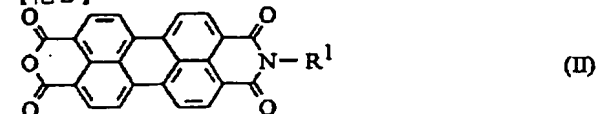
【請求項7】 顔料合成の前またはそのとき、顔料の微粉碎工程の前またはそのとき、または顔料の溶媒処理の前、そのときまたは後において、式(I)の顔料分散剤を添加する請求項6に記載の方法。

【請求項8】 顔料分散剤および/または有機顔料を水湿潤プレスケーキの形態で一緒にする請求項6または7に記載の方法。

【請求項9】 顔料分散剤および有機顔料を互いに乾燥粉末として混合する請求項6に記載の方法。

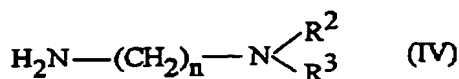
【請求項10】 下記一般式(II)または(III)

【化2】



で表されるペリレン-3,4,9,10-テトラカルボン酸一無水物モノイミドと下記一般式(IV)または(V)

【化3】



(R¹、R²、R³およびnは、請求項1に記載の意味を有する)で表されるアミンとの反応により、顔料分散剤および有機ペリレン顔料を混合物として製造する請求項6に記載の方法。

【請求項11】 請求項1～5のいずれかに記載の顔料配合物を、プラスチック組成物、熔融物、紡糸溶液、コーティング、ペイント、トナーまたは印刷インキの形態の天然または合成高分子量有機材料の着色にあたって着色剤として使用する方法。

【請求項12】 本質的にペリレン、ペリノン、キナクリドン、アゾ、ベンゾイミダゾロン、アントラキノンまたはアントラントロン顔料からなる群から選択された少なくとも一種の有機顔料、請求項1に記載された式(I)で表される少なくとも一種の顔料分散剤および請求項11に記載された高分子量有機材料からなる顔料調製物。

【発明の詳細な説明】

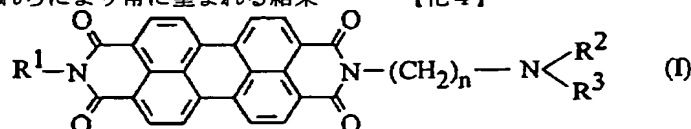
【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、改善された着色(coloristic)およびレオロジー特性を有する新規の顔料配合物およびその製造方法およびそれを高分子量材料の着色のために使用する方法に関する。

【0002】

【従来の技術】顔料配合物は、顔料と、特定の作用を有する置換基によって置換された構造的に類似した顔料分散剤との組み合わせである。顔料分散剤は、使用媒体、特にコーティングへの分散を容易にし、そして顔料のレオロジーおよび着色特性を改善するために顔料に添加される。この手段により高度に着色されたコーティング濃縮物の粘度は低く(ミルベース)、そして顔料粒子の凝集は起こらない。

【0003】顔料分散剤を添加することによって有機顔料のレオロジーおよび着色特性を改善するための提案が数多くなされているが、これらにより常に望まれる結果



【0008】(式中、R¹は、水素原子、ヒドロキシル、アミノまたは1～8個の炭素原子を有するアルキル基であり、これは1～4個の塩素または臭素原子、フェニル、シアノ、ヒドロキシル、カルバモイル、C₂-C₄-アシルまたはC₁-C₄-アルコキシ基によって任意に置換されていてもよいが、またはパーフルオロ化または部分的にフッ素化されており、R²およびR³は、互いに無関係に、水

が得られるわけではない。ヨーロッパ特許出願公開第A-0 321 919 号明細書には、メチレンイミダゾリル基を含有する顔料誘導体を基本顔料と混合することにより顔料配合物を製造することが開示されている。ペリレン顔料の分野では、もはや現在の要件を満たす着色特性を有する顔料配合物は得られない。

【0004】ドイツ特許出願公開第A-3 160 906 号明細書には、スルホンアミド基を含有する顔料分散剤の製造が開示されている。しかしながら、ここに開示されたペリレン化合物を基材とする顔料分散剤は、着色およびレオロジー特性の著しい欠陥を有している。米国特許第4 762 569 号明細書には、対称ペリレン-3,4,9,10-テトラカルボン酸ジイミドを基材とする顔料配合物の製造が開示されている。これらの顔料配合物は、溶媒含有系に使用することにしか適していない。これらは、レオロジーおよび着色特性に関して顔料配合物に要求される全ての要件を満たすわけではない。特に、着色特性は、高い顔料分散剤含有量ではもはや十分ではなく、そして多くの場合において著しい光沢の損失および色調の偏差が確認される。さらに、これらの顔料分散剤は、溶媒およびオーバーペイントに対する堅牢度が十分ではなく、この結果としてその使用が制限される。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】従って、着色特性、レオロジーおよび全般的な用途に関して従来技術の上記の欠点を克服した顔料配合物を提供するという課題があった。

【0006】

【課題を解決するための手段】驚くべきことに、この課題が基本顔料の他に、一種以上の非対称のペリレン-3,4,9,10-テトラカルボン酸ジイミドを含有する顔料配合物によって解決されることが見出された。本発明は、a)ペリレン、ペリノン、キナクリドン、アゾ、ベンゾイミダゾロン、アントラキノンまたはアントラントロン顔料からなる群から選択された少なくとも一種の有機顔料、および

b)下記一般式(I)

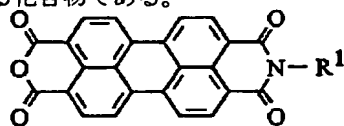
【0007】

【化4】

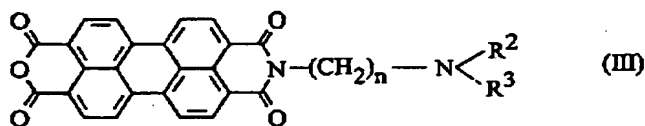
素原子、置換または非置換のまたは部分的にフッ素化されているかまたはパーフルオロ化された1～20個の炭素原子を有するアルキル基または置換または非置換のまたは部分的にフッ素化されているかまたはパーフルオロ化された2～20個の炭素原子を有するアルケニル基であり、その際置換基はヒドロキシル、フェニル、シアノ、塩素、臭素、C₂-C₄-アシルまたはC₁-C₄-アルコキシ

であることができ、そして好ましくは1~4個であるか、またはR²およびR³は、窒素原子と一緒に、飽和、不飽和または芳香族ヘテロ環式環を形成し、これは任意にさらに窒素、酸素または硫黄原子を環中に含有していてもよく、そしてn は、1~6の数である) で表される少なくとも一種の顔料分散剤を含有する顔料配合物に関する。

【0009】本発明の好ましい顔料分散剤は、式(I)において、R¹が、水素原子、ベンジル、またはC₁-C₆-アルキル基、またはヒドロキシル、アミノ、アセチル、メトキシ、エトキシ、塩素および臭素からなる群から選択された1または2個の置換基により置換されたC₂-C₆-アルキル基であり、R²およびR³が、互いに無関係に、水素原子、C₁-C₆-アルキル基、またはヒドロキシル、アセチル、メトキシ、エトキシ、塩素および臭素からなる群から選択された1または2個の置換基により置換されたC₁-C₆-アルキル基であるか、またはR²およびR³が、隣接する窒素原子と一緒に、イミダゾリル、ピペリジニル、モルホリニル、ピペコリニル、ピロリル、ピロリジニル、ピラゾリルまたはピペラジニル環を形成し、そしてn が、2または3の数である化合物である。



(II)

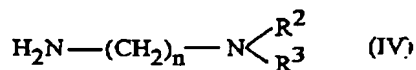


(III)

【0013】で表されるペリレン-3,4,9,10-テトラカルボン酸一無水モノイミドと下記一般式(IV)または(V)

【0014】

【化6】



【0015】で表されるアミンとの反応により製造することができる。ここで、R¹、R²、R³およびn は、上記の意味を有しており、(II)と(IV)とを反応させるかまたは(III)と(V)とを反応させて式(I)の化合物とする。縮合反応は、通常水溶液中でアルカリ性のpH条件下に50~180℃の温度で行われる。アミンは、好ましくはここで過剰に使用される。形成される式(I)の化合物は、濾過することによって反応混合物から単離される。水性媒体の代わりに、二つの反応物の間の縮合反応を、不活性有機溶媒中の有機または水性有機媒体中で行うこともできる。

【0010】本発明において特に重要である非水性系のための顔料配合物は、顔料分散剤として、式(I)においてR¹が、メチルまたはエチルであり、R²およびR³が、それぞれメチルまたはエチルであり、そしてn が3である少なくとも一種のペリレン化合物を含有するものである。水性系のための特に重要な顔料配合物は、顔料分散剤として、式(I)においてR¹が、水素またはヒドロキシエチレン基であり、R²およびR³が、それぞれメチルまたはエチルであり、そしてn が3であるか、またはR²およびR³が、隣接する窒素原子と一緒に、イミダゾリル基またはモルホリニル基を形成し、そしてn が3である少なくとも一種のペリレン化合物を含有するものである。

【0011】本発明に従って、顔料分散剤b)として使用される式(I)のペリレン化合物は、公知の化合物である。これらはドイツ特許出願公開第A-3 017 185 号明細書に従って、例えばそれぞれ下記一般式(II)または(III)

【0012】

【化5】

【0016】使用することのできる式(IV)のアミンの例は、ジメチルアミノエチルアミン、ジエチルアミノエチルアミン、2-エチルヘキシルアミノエチルアミン、ステアリルアミノエチルアミン、オレイルアミノエチルアミン、ジメチルアミノプロピルアミン、ジブチルアミノプロピルアミン、ジエチルアミノブチルアミン、ジメチルアミノアミルアミン、ジエチルアミノヘキシルアミン、ピペリジノメチルアミン、ピペリジノエチルアミン、ピペリジノプロピルアミン、ピペコリノエチルアミン、ピペコリノプロピルアミン、イミダゾノプロピルアミン、モルホリノエチルアミンおよびモルホリノプロピルアミンである。

【0017】使用することのできる式(V)のアミンの例は、NH₃、メチルアミン、エチルアミン、n-プロピルアミン、n-ブチルアミン、n-ヘキシルアミン、β-ヒドロキシエチルアミン、ヒドロキシルアミンおよびヒドラジンである。本発明において好ましい有機顔料の例は、シアアイビグメントレッド123 (C.I.No.71145)、シアアイビグメントレッド149 (C.I.No.71137)、シアアイビグメントレッド178 (C.I.No.71155)、シアア

イピグメントレッド179 (C.I.No.71 130)、シーアイピグメントレッド190 (C.I.No.71 140)、シーアイピグメントレッド224 (C.I.No.71 127)、シーアイピグメントバイオレット29 (C.I.No.71 129)、シーアイピグメントオレンジ43 (C.I.No.71 105)、シーアイピグメントレッド194 (C.I.No.71 100)、シーアイピグメントバイオレット19 (C.I.No.73 900)、シーアイピグメントレッド122 (C.I.No.73 915)、シーアイピグメントレッド209 (C.I.No.73 905)、シーアイピグメントイエロー147、シーアイピグメントレッド168 (C.I.No.59 300)、シーアイピグメントイエロー120 (C.I.No.11 783)、シーアイピグメントイエロー151 (C.I.No.13 980)、シーアイピグメントブラウン25 (C.I.No.12 510)、シーアイピグメントバイオレット32 (C.I.No.12 517)、シーアイピグメントレッド170 (C.I.No.12 475)、シーアイピグメントオレンジ38 (C.I.No.12 367)、シーアイピグメントレッド188 (C.I.No.12467)、シーアイピグメントレッド187 (C.I.No.12 486)、シーアイピグメントオレンジ34 (C.I.No.21 115)、シーアイピグメントオレンジ13 (C.I.No.21 110)、シーアイピグメントレッド9 (C.I.No.12 460)、シーアイピグメントレッド2 (C.I.No.12 310)、シーアイピグメントレッド112 (C.I.No.12 340)、シーアイピグメントレッド7 (C.I.No.12 420)、シーアイピグメントレッド210 (C.I.No.12 477) およびシーアイピグメントレッド12 (C.I.No.12 385) である。

【0018】本発明による顔料配合物中の顔料分散剤b)の量は、要求される顔料品質が悪影響を受けない限り制限されないが、一般に顔料配合物の全体の重量を基準に計算して、0.5~20重量%、好ましくは1~10重量%の量の顔料分散剤が適当である。

顔料a)および顔料分散剤b)の他に、本発明による顔料配合物は、その他の成分、例えば界面活性剤、樹脂、消泡剤、抗粉塵剤(anti-dusting agent)、エキステンダーまたはその他の通常の添加剤を含有していてもよい。

【0019】本発明による顔料配合物は、好ましくはa) 99.5~80重量%の、ペリレン、ペリノン、キナクリドン、ベンゾイミダゾロン、アゾ、アントラキノンまたはアントラントロン顔料からなる群から選択された少なくとも一種の有機顔料、

b) 0.5~20重量%、好ましくは1~10重量%の式(I)で表される少なくとも一種のペリレン化合物、

c) 0~10重量%の界面活性剤および

d) 0~10重量%の通常の添加剤

を含有し、ここで個々の成分の割合は配合物の全体の重量(100重量%)を基準とする。

【0020】使用することのできる界面活性剤は、通常のアニオン、カチオンまたはノニオン性界面活性剤、例えばアニオン性物質、例えば脂肪酸タウリド、脂肪酸N-

メチルタウリド、脂肪酸イセチオネート、アルキルベンゼンスルホネート、アルキルナフチレンスルホネート、アルキルフェノールポリグリコールエーテルスルフェートおよび脂肪アルコールポリグリコールエーテルスルフェート；脂肪酸、例えばバルミチン酸、ステアリン酸およびオレイン酸；セッケン、例えば脂肪酸、ナフテン酸および樹脂酸、例えばアビエチン酸のアルカリ金属塩、およびアルカリ溶解性樹脂、例えばコロホニウム変性マレエート樹脂；カチオン性物質、例えば第四アンモニウム塩、脂肪アミノキシエチレート、脂肪アミノポリグリコールエーテルおよび脂肪アミン；およびノニオン性物質、例えば脂肪アルコールポリグリコールエーテル、脂肪アルコールポリグリコールエステルおよびアルキルフェノールポリグリコールエーテルである。

【0021】使用することのできる通常の添加剤の例は、消泡剤、エキステンダー、フィラー、標準化剤、防腐剤、乾燥遅延剤および泡減少剤である。本発明による顔料配合物は、原則として自由に流動する粉末または顆粒である。本発明により達成される分散効果は、おそらく式(I)で表されるペリレン化合物による有機顔料a)の表面構造の変性に基づいていると考えられる。従って、いくつかの場合には、顔料分散剤の活性およびそれを用いて製造される顔料配合物の品質は、有機顔料の製造工程における分散剤の添加時間に応じて異なる。顔料分散剤の性質および適用方法も影響する。

【0022】本発明による顔料配合物は、数種類、好ましくは二種類の有機顔料といずれも一種の顔料分散剤との混合物および一種の有機顔料と数種類の顔料分散剤との混合物のどちらでもよい。本発明は、顔料分散剤と有機顔料とをその製造工程の所望の時点で互いに作用させることからなる、本発明による顔料配合物の製造方法にも関する。

【0023】有機顔料の製造方法は、その合成、場合によっては、例えば粉碎または再沈降、場合によっては溶媒を用いた仕上げおよびプレスケーキまたは乾燥粉末としての単離による微粉碎も包含する。例えば、顔料分散剤は、顔料合成の前またはそのときまたは微粉碎工程または引き続いての溶媒処理(仕上げ)の前またはそのときに添加することができる。ここで0~200℃の温度を生ずる。当然、この顔料分散剤は、多様な時点で分別して添加することも可能である。

【0024】微粉碎工程の添加は、例えば追加的な粉碎助剤を用いてまたは用いないでロールまたは振動ミルを用いた粗顔料の乾燥粉碎の際に、または水性、水性-有機または有機粉末媒体中で、例えばビードミルを用いた粗顔料の湿式粉碎の際に行われる。水性、水性-アルカリ性、水性-有機または有機媒体中での有機顔料の仕上げの前またはそのときの顔料分散剤の添加は、同様に好適である。

【0025】顔料分散剤は、乾燥する前に水湿潤顔料プ

レスケーキに添加および取り込みができ、その際顔料分散剤自身はプレスケーキの状態であることができる。さらに、粉末状顔料分散剤と顔料粉末とを乾燥混合することも可能である。さらに、式(IV)または(V)で表される同一のアミンを用いた反応により顔料分散剤およびペリレン顔料を混合物として合成することも可能である。

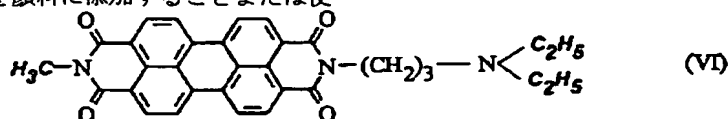
【0026】米国特許第4 762 569 号明細書に開示された顔料分散剤と比較して、分子当たりたった1つの塩基基しか有しておらず、そして顔料分散剤の活性は通常塩基基の数が減少するほど減少するので、非対称ペリレン-3,4,9,10-テトラカルボン酸ジイミドが顕著なそして優れた顔料分散剤特性を有することは驚くべきことでありまた予期できないことであった。さらに、本発明に従って使用される顔料分散剤は、改善された堅牢特性を有しており、そして溶媒含有系および水性系の両方に使用するのに適している。

【0027】本発明に従って得られる顔料配合物は、その顕著な着色およびレオロジー特性、特に凝集に対する高い安定性、容易な分散性、良好な光沢特性および高い着色力において優れている。本発明に従って製造される顔料配合物は、天然または合成高分子量有機材料の着色に使用することができる。

【0028】上記の顔料配合物で着色することのできる高分子量有機材料の例は、セルロースエーテルおよびエステル、例えばエチルセルロース、ニトロセルロース、セルロースアセテート、またはセルロースブチレート、天然樹脂または合成樹脂、例えば付加重合樹脂または縮合樹脂、例えばアミノプラスト、特に尿素-およびメラミン-ホルムアルデヒド樹脂、アルキド樹脂、アクリル樹脂、フェノプラスト、ポリカーボネート、ポリオレフィン、例えばポリスチレン、ポリ塩化ビニル、ポリエチレンおよびポリプロピレン、ポリアクリロニトリル、ポリアクリル酸エステル、ポリアミド、ポリウレタンまたはポリエステル、ゴム、カゼイン、シリコーン、シリコーン樹脂のそれぞれまたは混合物である。

【0029】ここで、上記した高分子量有機化合物がプラスチック組成物または熔融物の形態であるか、または紡糸溶液、コーティング、ペイントまたは印刷インキの形態であるかは重要ではない。所望の用途に応じて、本発明に従って得られる顔料配合物をブレンドとしてまたは調製物または分散液として使用することが有用である。本発明による顔料配合物は、着色される高分子量有機材料を基準として、好ましくは0.1~10重量%の量で使用される。

【0030】顔料分散剤を顔料に添加することまたは使



【0036】360 部の水を最初にオートクレーブに導入

用媒体中でのみその逆が可能である。従って、本発明は、本質的に上記の有機顔料、上記の顔料分散剤、上記の高分子量有機材料、特にコーティング、場合によっては界面活性剤および/またはその他の通常の添加剤を含有する顔料調製物に関する。有機顔料と顔料分散剤の全重量は、顔料調製物の全体の重量を基準として、好ましくは1~10重量%である。

【0031】

【実施例】コーティング分野において本発明に従って製造される顔料配合物の特性を評価するために、中油(medium-oil)アルキド樹脂とブタノールエーテル化メラミン樹脂を基材とする芳香族含有アルキドメラミン樹脂コーティング(AM)、セルロースアセトブチレートおよびメラミン樹脂を基材とするポリエステルコーティング(PE)、非水性分散液(HS)を基材とする高固形分アクリル樹脂焼付エナメルおよびポリウレタン(PUR)を基材とする水性コーティングを公知の多数のコーティングから選択した。

【0032】DIN 55986 に従って、着色力および色調を評価した。分散操作の後の粉碎された材料のレオロジー(ミルベースレオロジー)は、以下の5つの段階で評価した。

- 5 薄い液状
- 4 液状
- 3 粘ちょう
- 2 わずかに凝結
- 1 凝結

粉碎された材料を最終的な顔料濃度に希釈した後に、Erichsen社のRossmann, Type 301によるViscospatulaで粘度を評価した。

【0033】光沢の測定は、DIN 67530(ASTM D 523)に従ってByk-Mallinckrodt社の「マルチグロス(multigloss)」光沢測定器で20度の角度でキャストフィルムで行った。溶媒に対する堅牢度は、DIN 55976 に従って測定した。オーバーコーティングに対する堅牢度は、DIN 53221 に従って測定した。

【0034】顔料および顔料配合物の結晶相はX-線分光法により測定した。X-線スペクトルは、Cu K α 放射を用いて記録した。以下の実施例において、部および百分率は、それぞれ記載された物質の重量部および重量百分率である。

実施例 1

【0035】

【化7】

し、24.3部のペリレン-3,4,9,10-テトラカルボン酸一無

水物モノメチルイミドを導入し、そして31.2部のN,N-ジエチルアミノプロピルアミンを添加する。次いで、この混合物を加圧下に150℃に加熱し、そして150℃で5時

分析：計算値：74.3% C、5.2 % H、8.1 % N、12.4% O

実測値：73.4% C、5.0 % H、8.1 % N、12.4% O

¹H- および¹³C-NMR スペクトルは、上記した構造式と一致する。

実施例 1 a

3000部の水を最初に攪拌できる容器に導入し、そして540部の27.8%純度のペリレン-3,4,9,10-テトラカルボン酸二無水物のフィルターケーキを攪拌しながら導入する。16部の市販されている50%濃度の水性樹脂石鹸をこの懸濁液に添加し、そして0～5℃に冷却した後に222部の45.5%濃度の水性モノメチルアミン溶液を10分間かけて滴下して加える。この混合物を0～5℃でさらに15分間攪拌する。得られる溶液に250部の水中の84.9部の無水塩化カルシウムの溶液を0～5℃で15分間かけて滴下して加え、そしてこの混合物を0～5℃で1時間攪拌する。この懸濁液を80℃に加熱し、そして環化反応が終了するまで80℃で1時間攪拌する。次いで、8部のジステアリルジメチルアンモニウムクロライドおよび350部の水の懸濁液を滴下して加え、そしてこの混合物を80℃で1時間攪拌する。50℃に冷却した後に、pHが7になるまで98%濃度のギ酸をこの温度で滴下して加える。この混合物を50℃で30分間攪拌し、そして得られる顔料を吸引濾過し、塩化物イオンがなくなるまで水で洗浄し、そして80℃で循環空気キャビネット中で乾燥する。

【0038】172.3部のシーアイピグメントレッド179 (C.I.No.71 130) が得られる。19部の上記の顔料を、実施例1に従って製造される1部の式(IV)で表される顔料分散剤と機械的に混合する。透明でありそして強く着色されたコーティングフィルムをAMコーティングに与える顔料配合物が得られる。レオロジーは、5に評価され、そして粘度は13.6sである。オーバーコーティングに対する堅牢度および溶媒に対する堅牢度は非常に良好である。

【0039】顔料分散剤を添加しない場合には、コーティングフィルムは著しく着色が弱い。レオロジーは、1に評価され、そして粘度が高いので、Viscospatulaではもはや測定できない。

実施例 1 b (比較例)

19部の上記の顔料を、米国特許第4 762 569号明細書の実施例1に従って製造される1部の顔料分散剤と機械的に混合する。

【0040】AMコーティングにおいて全く透明であり、そして強く着色されたコーティングフィルムを与えるが、オーバーコーティングに対する堅牢度および溶媒に対する堅牢度が不十分である顔料配合物が得られる。フルシェイド(full shade)コーティングフィルムは著しくかすんでいる。着色不足のために、この顔料配合物は

間攪拌する。25℃に冷却した後に、顔料分散剤を吸引濾過し、水で洗浄して中和し、そして80℃で乾燥する。

【0037】27.4部の式(VI)の顔料分散剤が得られる。

実施例 1 a のそれよりも著しく劣る。

実施例 1 c

環化および加水分解：150部の2,5-ジアニリノテレフタル酸を、>84%のP₂O₅を含有する750部のポリリン酸に80～90℃で攪拌しながら導入し、そしてこの混合物を125℃で1時間加熱し、キナクリドンへの環化を行う。次いで、反応混合物を、13.9%濃度の3375部のリン酸で80℃で攪拌しながら加水分解する。この操作の際に、温度は105℃に上昇する。この混合物を105℃で1時間攪拌する。次いで、粗顔料を吸引濾過し、そして洗浄して中和する。主としてα-相からなる、734部の18.0%純度の粗顔料フィルターケーキが得られる。

相転化：694.5部の粗顔料フィルターケーキを攪拌できる容器に導入する。680.5部の水、12.9部の水酸化ナトリウム(98%純度)および375部のイソブタノール(100%純度)を添加し、そしてこの混合物を150℃で加圧下に5時間加熱する。90℃に冷却した後に、イソブタノールを転移点で100℃まで共沸蒸留する。この懸濁液を60℃に冷却し、そして粗顔料を吸引濾過し、水で洗浄して中和し、そして80℃で乾燥する。β-相の115.7部の高度に結晶性の粗顔料が得られる。

粉碎：1%濃度の77部の水酸化ナトリウム溶液、6.3部の上記の粗い結晶性キナクリドン粗顔料(β-相)および0.32部の実施例1に従って製造される式(VI)の顔料分散剤からなる懸濁液を、粉碎体として354部の0.3～0.4mmの直径のジルコニウム混合酸化物ビーズを充填された攪拌できるボールミル(タイプPML、製造元Draierwerk e GmbH, Mannheim)に計量添加し、そして15.6m/sの攪拌周速および1リットルの粉碎空間当たり3.1kWの比電流密度(specific power density)で25℃で15分間粉碎する。次いで、粉碎された懸濁液を粉碎体からふるい分けし、粉碎体を水で洗浄し、組み合わせられた粉碎された懸濁液を吸引濾過し、水で洗浄し、そして80℃で乾燥する。

【0041】透明であり、そして強く着色されたコーティングフィルムを深い色調でAMコーティングに与える、6.2部のシーアイピグメントバイオレット19 (C.I.No.73 900)を基材とする顔料配合物が得られる。レオロジーは、5に評価される。粘度は3.1sであり、光沢測定は78の値を示す。顔料分散剤を添加しない場合には、コーティングフィルムは、着色が著しく淡くそして弱い。

実施例 1 d

30部の粗い結晶性ペリレン粗顔料(シーアイピグメントレッド149 (C.I.No.71 137)) (ドイツ特許出願公

開第A-1 067 157 号明細書に従って製造)、150 部の無水硫酸ナトリウムおよび1.6 部の実施例 1 に従って製造される式(VI)の顔料分散剤を、粉碎体として1400部の12 mmの直径のステアタイト(steatite)ビーズを80容量%まで充填した鋼鉄製容器に導入し、そして振動ミル(タイプVibratom、製造元Siebtechnik, Muehlheim)で8時間4mmの振動円で1400回転/分で粉碎する。次いで、粉碎された材料を粉碎体からふるい分けする。粉碎された材料を1500部の水に導入し、そして混合物を80℃で1時間攪拌する。次いで、顔料配合物を吸引濾過し、塩がなくなるまで水で洗浄し、そして80℃で乾燥する。

【0042】27.8部のシーアイピグメントレッド149を基材とする顔料配合物が得られる。AMコーティングにおいて、透明でありそして強く着色したコーティングフィルムが得られる。オーバーコーティングに対する堅牢度は非常に良好である。

実施例 1 e

4.5 部のキナクリドン顔料であるシーアイピグメントレッド122 (C.I.No.73 915) を、0.045 部の実施例 1 に従って製造される式(VI)の顔料分散剤と機械的に混合する。

【0043】透明であり、そして強く着色したコーティングフィルムをAMコーティングに与える顔料配合物が得られる。レオロジーは5に評価され、そして粘度は4.9sである。オーバーコーティングに対する堅牢度は非常に良好である。

実施例 1 f

9.5 部のペリレン顔料であるシーアイピグメントレッド149 (C.I.No.71 137) を、0.5 部の実施例 1 に従って製造される式(VI)の顔料分散剤と機械的に混合する。

【0044】透明であり、そして強く着色したコーティングフィルムをAMコーティングに与える顔料配合物が得られる。粘度は9.5sである。光沢測定は91の値を示す。顔料分散剤を添加しない場合には、コーティングフィルムは着色がより不透明であり、淡く、そして弱いものであり、そして光沢測定は7の値を示す。粘度は33.1sである。

実施例 1 g (比較例)

9.5 部のペリレン顔料であるシーアイピグメントレッド149を、0.5 部の米国特許第4 762 569 号明細書の実施例 1 に従って製造される顔料分散剤と機械的に混合する。

【0045】AMコーティングのレオロジーが1に評価され、粘度が120sである顔料配合物が得られる。光沢測定は、5の値を示す。この顔料配合物は、着色およびレオロジー特性が実施例 1 f に従って製造されるものよりも著しく劣る。

実施例 1 h

9.5 部のペリレン顔料であるシーアイピグメントレッド224 (C.I.No.71 127) を、0.5 部の実施例 1 に従つ

て製造される式(VI)の顔料分散剤と機械的に混合する。

【0046】透明であり、そして強く着色したコーティングフィルムを深い色調でAMコーティングに与える顔料配合物が得られる。レオロジーは5に評価され、そして粘度は2.8sである。

実施例 1 i

4.75部のベンゾイミダゾロン顔料であるシーアイピグメントバイオレット32 (C.I.No.12 517) を、0.25部の実施例 1 に従って製造される式(VI)の顔料分散剤と機械的に混合する。

【0047】透明であり、そして強く着色したコーティングフィルムをAMコーティングに与える顔料配合物が得られる。レオロジーは5に評価され、そして粘度は3.7sである。顔料分散剤を添加しない場合には、コーティングフィルムは着色が著しく不透明であり、淡く、そして弱いものであり、そして非常に凝集している。

実施例 1 j

19.5部のアントラントロン顔料であるシーアイピグメントレッド168 (C.I.No.59 300) を、0.5 部の実施例 1 に従って製造される式(VI)の顔料分散剤と機械的に混合する。

【0048】透明であり、そして強く着色したコーティングフィルムをAMコーティングに与える顔料配合物が得られる。レオロジーは5に評価され、そして粘度は3.3sである。顔料分散剤を添加しない場合には、コーティングフィルムは着色が著しく不透明であり、淡く、そして弱いものである。

実施例 1 k

9.5 部のベンゾイミダゾロン顔料であるシーアイピグメントブラウン25 (C.I.No.12 510) を、0.5 部の実施例 1 に従って製造される式(VI)の顔料分散剤と機械的に混合する。

【0049】透明であり、そして強く着色したコーティングフィルムをAMコーティングに与える顔料配合物が得られる。粘度は5.2sである。顔料分散剤を添加しない場合には、コーティングフィルムは着色が著しく弱い。

実施例 1 l

9.5 部のペリレン顔料であるシーアイピグメントレッド194 (C.I.No.71 100) を、0.5 部の実施例 1 に従って製造される式(VI)の顔料分散剤と機械的に混合する。

【0050】不透明であり、そして強く着色したコーティングフィルムをAMコーティングに与える顔料配合物が得られる。レオロジーは5に評価され、そして粘度は3.7sである。

実施例 2

400 部のo-ジクロロベンゼンを最初に攪拌できる容器に導入し、40.5部のペリレン-3,4,9,10-テトラカルボン酸一無水物モノメチルイミドを導入しそして52.1部のN,N-ジエチルアミノプロピルアミンを添加する。次いで、この混合物を150℃に加熱し、そして150℃で5時間攪拌

する。次いで、100℃に冷却し、そしてo-ジクロロベンゼンを水蒸気を用いて蒸留する。60℃に冷却した後に、顔料分散剤を吸引濾過し、水で洗浄して中和し、そして80℃で乾燥する。

【0051】50.6部の式(VI)の顔料分散剤が得られる。

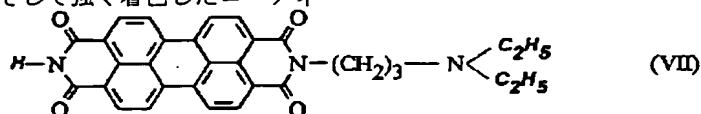
分析：計算値：8.1 %N

実測値：8.1 %N

実施例2a

18部の実施例1aに従って製造された顔料を、2部の実施例2に従って製造された式(VI)で表される顔料分散剤と機械的に混合する。

【0052】透明であり、そして強く着色したコーティ



【0054】300部の水を最初にオートクレーブに導入し、15.6部のペリレン-3,4,9,10-テトラカルボン酸一無水物モノイミドを導入し、そして20.8部のN,N-ジエチルアミノプロピルアミンを添加する。次いで、この混合物を加圧下に150℃に加熱し、そして150℃で5時間攪拌

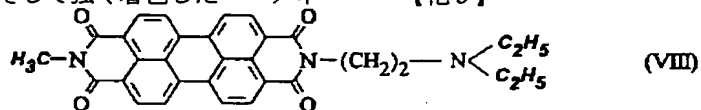
分析：計算値：74.0% C、5.0 %H、8.3 %N、12.7%O

実測値：73.9% C、5.4 %H、8.4 %N、13.1%O

実施例3a

9.5部のキナクリドン顔料であるシーアイピグメントバイオレット19 (C.I.No.73 900) を、0.5部の実施例3に従って製造される式(VII)の顔料分散剤と機械的に混合する。

【0056】透明であり、そして強く着色したコーティ



【0058】150部のN,N-ジエチルアミノエチルアミンを最初に攪拌できる容器に導入し、そして10.1部のペリレン-3,4,9,10-テトラカルボン酸一無水物モノメチルイミドを導入する。次いで、この混合物を140℃に加熱し、そして140℃で2時間攪拌する。25℃に冷却した後に、100部の水を添加し、そして顔料分散剤を吸引濾過し、そして水で洗浄して中和する。このフィルターケーキを、200部の1%濃度の水酸化カリウム溶液に導入

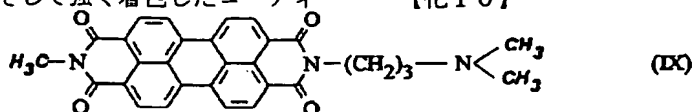
分析：計算値：74.0% C、5.0 %H、8.4 %N、12.7%O

実測値：74.5% C、5.3 %H、8.3 %N、12.9%O

実施例4a

19部のペリレン顔料であるシーアイピグメントレッド149 (C.I.No.71 137) を、1部の実施例4に従って製造される式(VIII)の顔料分散剤と機械的に混合する。

【0060】透明であり、そして強く着色したコーティ



ングフィルムをAMコーティングに与えるシーアイピグメントレッド179を基材とする顔料配合物が得られる。レオロジーは5に評価され、そして粘度は5.2sである。オーバーコーティングに対する堅牢度および溶媒に対する堅牢度は非常に良好である。顔料分散剤を添加しない場合には、コーティングフィルムは着色が著しく弱い。レオロジーは1に評価され、そして粘度が高いため、Viscospatulaではもはや測定できない。

実施例3

【0053】

【化8】

する。25℃に冷却した後に、顔料分散剤を吸引濾過し、水で洗浄して中和し、そして80℃で乾燥する。

【0055】18.1部の式(VII)の顔料分散剤が得られる。

ングフィルムをAMコーティングに与える顔料配合物が得られる。レオロジーは5に評価され、そして粘度は4.0sである。

実施例4

【0057】

【化9】

し、そしてこの混合物を90℃に加熱し、そしてこの温度で1時間攪拌する。次いで、この固形物を90℃で吸引濾過し、そして流出物が無色になるまで1%濃度の熱水酸化カリウム溶液で洗浄する。次いで、顔料分散剤を水で洗浄して中和し、そして80℃で乾燥する。

【0059】11.7部の式(VIII)の顔料分散剤が得られる。

ングフィルムをAMコーティングに与える顔料配合物が得られる。分散性は非常に良好である。

実施例5

【0061】

【化10】

【0062】785部の水を最初に攪拌できる容器に導入し、そして湿潤したフィルターケーキの状態の50部のペリレン-3,4,9,10-テトラカルボン酸一無水物モノ-N',N'-ジメチルアミノプロピルイミドを攪拌しながら導入し、そしてこの混合物を0～5℃に冷却する。83.9部の40%濃度のモノメチルアミン水溶液をこの懸濁液に0～5℃で10分間かけて滴下して加える。この混合物を0～5℃でさらに15分間攪拌する。得られる溶液に、94.3部の水中の28.3部の無水塩化カルシウムの溶液を0～5℃で15分間かけて滴下して加え、そしてこの混合物を0～5℃で1時間攪拌する。この懸濁液を約75℃に加熱し、そして環化反応が終了するまで75℃で2時間攪拌する。50℃に冷却した後に、pHが7になるまで98%濃度のギ酸をこの温度で滴下して加える。この混合物を50℃で30分間攪拌し、そして得られる顔料分散剤を吸引濾過し、そして塩化物イオンがなくなるまで水で洗浄する。

【0063】181.4部の25.2%の式(IX)の顔料分散剤を含有するフィルターケーキが得られる。

分析：計算値：8.6 %N

実測値：8.1 %N

¹H- および¹³C-NMR スペクトルは、上記した構造式と一致する。

実施例 5 a

1030部の水を最初に攪拌できる容器に導入し、そして3.2.4%のペリレン-3,4,9,10-テトラカルボン酸二無水物を含有する140.6部のプレスケーキを攪拌しながら導入する。0～5℃に冷却した後に、94.4部の40.0%濃度のモノメチルアミン水溶液を10分間かけて滴下して加える。この混合物を0～5℃でさらに15分間攪拌する。得られる溶液に、85部の水中の25.5部の無水塩化カルシウムの溶液を0～5℃で15分間かけて滴下して加え、そして混合物を0～5℃で1時間攪拌する。この懸濁液を80

分析：計算値：73.6% C、4.7 %H、8.6 %N、13.2% O

実測値：74.3% C、4.6 %H、8.4 %N、12.6% O

実施例 6 a

4600部の水を最初に攪拌できる容器に導入し、そして3.2.0%のペリレン-3,4,9,10-テトラカルボン酸二無水物を含有する613.5部のフィルターケーキを攪拌しながら導入する。21.4部の市販されている50%濃度の水性樹脂石鹸をこの懸濁液に添加し、そして0～5℃に冷却した後に420部の40.0%濃度のモノメチルアミン水溶液を10分間かけて滴下して加える。この混合物を0～5℃でさらに15分間攪拌する。得られる溶液に、377部の水中の113.2部の無水塩化カルシウムの溶液を0～5℃で15分間かけて滴下して加え、そしてこの混合物を0～5℃で1時間攪拌する。この懸濁液を80℃に加熱し、そして環化反応が終了するまで80℃で2時間攪拌する。50℃に冷却した後に、pHが7になるまで98%濃度のギ酸をこの温度で滴下して加える。この混合物を50℃で30分間攪拌し、そして得られる顔料を吸引濾過し、塩化物イオンが

℃に加熱し、そして環化反応が終了するまで80℃で1時間攪拌する。次いで、21部の25.2%純度の実施例5に従って製造される式(IX)の顔料分散剤および100部の水を含有する懸濁液を加える。166部の100%純度のイソブタノールを滴下して加え、この混合物を沸点で2時間攪拌し、そしてイソブタノールを転移点で100℃まで留去する。50℃に冷却した後に、pHが7になるまで98%濃度のギ酸をこの温度で滴下して加える。この混合物を50℃で30分間攪拌し、そして得られる顔料を吸引濾過し、塩化物イオンがなくなるまで水で洗浄し、そして80℃で循環空気キャビネット中で乾燥する。

【0064】52.6部のシーアイピグメントレッド179を基材とする顔料配合物が得られる。透明でありそして強く着色したコーティングフィルムがHSコーティングに得られる。メタリックコーティングフィルムは強く着色されそして鮮明である。

実施例 6

150部のN,N'-ジメチルアミノプロピルアミンを最初に攪拌できる容器に導入し、そして10.1部のペリレン-3,4,9,10-テトラカルボン酸一無水物モノメチルイミドを導入する。次いで、この混合物を125℃に加熱し、そして125℃で5時間攪拌する。25℃に冷却した後に、250部の水を添加し、そして顔料分散剤を吸引濾過し、そして水で洗浄して中和する。このフィルターケーキを200部の1%濃度の水酸化カリウム溶液に導入し、そしてこの混合物を90℃に加熱し、この温度で1時間攪拌する。次いで、この固形物を90℃で吸引濾過し、そして流出物が無色になるまで1%濃度の熱水酸化カリウム溶液で洗浄する。次いで水で洗浄して中和し、そして80℃で乾燥する。

【0065】10.4部の式(IX)の顔料分散剤が得られる。

なくなるまで水で洗浄し、そして80℃で循環空気キャビネット中で乾燥する。

【0066】218部のシーアイピグメントレッド179が得られる。9.5部の上記の顔料を、0.5部の実施例6に従って製造される式(IX)の顔料分散剤と機械的に混合する。透明でありそして強く着色したコーティングフィルムをAMコーティングに与えるシーアイピグメントレッド179を基材とする顔料配合物が得られる。レオロジーは5に評価され、そして粘度は3.5sである。オーバーコーティングに対する堅牢度は非常に良好である。

【0067】顔料分散剤を添加しない場合には、コーティングフィルムは光沢のない弱い着色である。

実施例 7

1500部の水を最初にオートクレーブに導入し、101.3部のペリレン-3,4,9,10-テトラカルボン酸一無水物モノメチルイミドを導入し、そして51.1部のN,N'-ジメチルアミ

ノプロピルアミンを添加する。次いで、この混合物を加圧下に150℃に加熱し、そして150℃で5時間攪拌する。25℃に冷却した後に、顔料分散剤を吸引濾過し、水

分析：計算値：73.6% C、4.7 % H、8.6 % N、13.1% O

実測値：72.6% C、5.5 % H、8.3 % N、14.1% O

実施例 7 a

189 部の水を最初にオートクレーブに導入し、32.0%のペリレン-3,4,9,10-テトラカルボン酸二無水物を含有する85.9部のフィルターケーキを導入し、そして2.5 部の市販されている50%濃度の水性樹脂石鹸および27.5部の25.0%濃度のアンモニア水溶液を連続して添加する。次いでこの混合物を加圧下に130℃に加熱し、そして130℃で3時間攪拌する。25℃に冷却した後に、20.0部の10%濃度の塩酸を添加することによってpHを1.5にする。次いで、顔料を吸引濾過し、そして水で洗浄して中和する。

【0069】23.2%のシアイビグメントバイオレット29 (C.I.No.71 129) を含有する126.5 部のフィルターケーキが得られる。38.6部のこのフィルターケーキおよび35.3%の実施例7に従って製造される式(IX)の顔料分散剤を含有する2.8 部のフィルターケーキ混合し、そしてこの混合物を80℃で乾燥する。10部の顔料配合物が得られる。

【0070】不透明で強く着色したコーティングフィルムがAMコーティングに得られる。レオロジーは5に評価され、そして粘度は4.0sである。

実施例 7 b

1141部の水を最初に攪拌できる容器に導入し、そしてペリレン-3,4,9,10-テトラカルボン酸二無水物の148.4 部の32%純度のフィルターケーキおよびペリレン-3,4,9,10-テトラカルボン酸一無水物モノ-N,N-ジメチルアミノプロピルイミドの10.7部の23.4%純度のフィルターケーキを攪拌しながら連続して導入する。この懸濁液を0～5℃に冷却し、そして104.9 部の40.0%濃度のモノメチルアミン水溶液をこの温度で10分間かけて滴下して加える。この混合物を0～5℃でさらに15分間攪拌する。得られる溶液に、94.3部の水中の28.3部の無水塩化カルシウムの溶液を0～5℃で15分間かけて滴下して加え、そしてこの混合物を0～5℃で1時間攪拌する。この懸濁液を80℃に加熱し、環化反応が終了するまで80℃で1時間攪拌する。50℃に冷却した後に、pHが7になるまで98%濃度のギ酸をこの温度で滴下して加える。この混合物を50℃で30分間攪拌し、得られる顔料配合物を吸引濾過し、塩化物イオンがなくなるまで水で洗浄し、そして80℃で循環空気キャビネット中で乾燥する。

【0071】53.0部のシアイビグメントレッド179を基材とする顔料配合物が得られる。この顔料配合物の顔料分散剤は、式(IX)の構造を有している。透明で強く着色したコーティングフィルムがPURコーティングに得られる。

で洗浄して中和し、そして80℃で乾燥する。

【0068】35.3%の式(IX)の顔料分散剤を含有する342.5 部のフィルターケーキが得られる。

実施例 7 c

1144部の水を最初に攪拌できる容器に導入し、ペリレン-3,4,9,10-テトラカルボン酸二無水物の156.3 部の32%純度のフィルターケーキおよび4.5 部のアルキル硫酸半エステルのナトリウム塩の水溶液（活性化合物含有量28%）を攪拌しながら添加する。この懸濁液を0～5℃に冷却し、そして104.9 部の40.0%濃度のモノメチルアミン水溶液をこの温度で10分間かけて滴下して加える。この混合物を0～5℃でさらに15分間攪拌する。得られる溶液に、94.3部の水中の28.3部の無水塩化カルシウムの溶液を0～5℃で15分間かけて滴下して加え、そしてこの混合物を0～5℃で1時間攪拌する。次いで、実施例7に従って製造された式(IX)の顔料分散剤の7.1 部の35.3%純度のフィルターケーキを添加する。この混合物を0～5℃でさらに15分間攪拌する。この懸濁液を80℃に加熱し、環化反応が終了するまで80℃で1時間攪拌する。次いで、2.5 部の硫酸バリウムを添加し、この混合物を80℃で1時間攪拌する。50℃に冷却した後に、pHが7になるまで98%濃度のギ酸をこの温度で滴下して加える。この混合物を50℃で30分間攪拌し、得られる顔料配合物を吸引濾過し、塩化物イオンがなくなるまで水で洗浄し、そして80℃で循環空気キャビネット中で乾燥する。59.1部のシアイビグメントレッド179を基材とする顔料配合物が得られる。

【0072】不透明で強く着色したコーティングフィルムがAMコーティングに得られる。レオロジーは5に評価され、そして粘度は4.8sである。

実施例 7 d

524 部の水を最初に攪拌できる容器に導入し、そしてペリレン-3,4,9,10-テトラカルボン酸二無水物の70.1部の32.5%純度のフィルターケーキを攪拌しながら導入する。2.5 部の市販されている50%濃度の水性樹脂石鹸をこの懸濁液に添加し、そして0～5℃に冷却した後に、48.0部の40.0%濃度のモノメチルアミンの水溶液を10分間かけて滴下して加える。この混合物を0～5℃でさらに15分間攪拌する。得られる溶液に、43.1部の水中の12.9部の無水塩化カルシウムの溶液を0～5℃で15分間かけて滴下して加え、そしてこの混合物を0～5℃で1時間攪拌する。この懸濁液を80℃に加熱し、そして環化反応が終了するまで80℃で2時間攪拌する。50℃に冷却した後に、pHが7になるまで98%濃度のギ酸をこの温度で滴下して加える。次いで、実施例7に従って製造される式(IX)の顔料分散物の3.5 部の35.3%純度のフィルターケーキ、濃硫酸から再沈降させることによって製造されるシアイビグメントバイオレット29の11.4部の

10.9%純度のフィルターケーキおよび75部の100%純度のイソブタノールを連続して加える。この混合物を沸点に加熱し、そして沸点で2時間攪拌する。次いで、イソブタノールを転移点で100℃まで共沸蒸留する。50℃に冷却した後に、得られる顔料配合物を吸引濾過し、塩化物イオンがなくなるまで水で洗浄し、そして80℃で循環空気キャビネット中で乾燥する。

【0073】27.6部のシーアイピグメントレッド179およびシーアイピグメントバイオレット29を基材とする顔料配合物が得られる。透明で強く着色したコーティングフィルムが深い色調でAMコーティングに得られる。レオロジーは5に評価され、そして粘度は4.8sである。

実施例7e

1170部の水を最初に攪拌できる容器に導入し、そしてペリレン-3,4,9,10-テトラカルボン酸二無水物の140.6部の32%純度のプレスケーキ、50部のペリレン-3,4,9,10-テトラカルボン酸一無水物モノイミド(25%純度)および5.3部の市販されている50%濃度の水性樹脂石鹸を攪拌しながら導入する。0~5℃に冷却した後に、94.4部の40.0%濃度のモノメチルアミンの水溶液を10分間かけて滴下して加える。この混合物を0~5℃でさらに15分間攪拌する。得られる溶液に、94部の水中の25.5部の無水塩化カルシウムの溶液を0~5℃で15分間かけて滴下して加え、そしてこの混合物を0~5℃で1時間攪拌する。この懸濁液を80℃に加熱し、そして環化反応が終了するまで80℃で1時間攪拌する。pHが7になるまで98%濃度のギ酸をこの温度で滴下して加える。次いで、2.8部の実施例7に従って製造される式(IX)の顔料分散物を添加する。次いで、168部の100%純度のイソブタノールを滴下して加え、この混合物を沸点で2時間攪拌し、そしてイソブタノールを転移点で100℃まで共沸蒸留する。この混合物を50℃で30分間攪拌し、そして得られる顔料配合物を吸引濾過し、塩化物イオンがなくなる

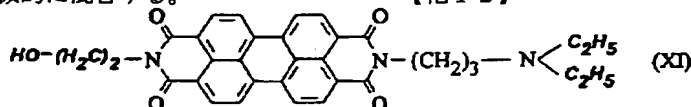
分析：計算値：72.3% C、4.7 % H、7.9 % N、15.0 % O

実測値：71.9% C、3.8 % H、8.0 % N、14.6 % O

¹H- および¹³C-NMR スペクトルは、上記した構造式と一致する。

実施例8a

9.5部のキナクリドン顔料であるシーアイピグメントバイオレット19を、0.5部の実施例8に従って製造される式(X)の顔料分散剤と機械的に混合する。



【0081】348部の水を最初にオートクレーブに導入し、17.4部のペリレン-3,4,9,10-テトラカルボン酸一無水物モノヒドロキシエチルイミドを導入し、そして10.5部のN,N-ジエチルアミノプロピルアミンを添加する。次いで、この混合物を加圧下に150℃に加熱し、そして15

まで水で洗浄し、そして80℃で循環空気キャビネット中で乾燥する。

【0074】59.1部のピグメントレッド179を基材とする顔料配合物が得られる。栗茶色の色調を有する透明なコーティングフィルムがAMコーティングに得られる。

実施例7f

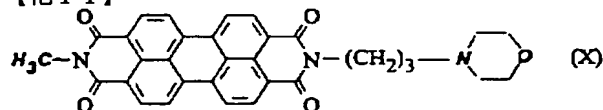
3.42部のβ-相のシーアイピグメントバイオレット19および0.18部の実施例7に従って製造される式(IX)の顔料分散剤を連続して26.4部の35%濃度の芳香族含有アルキドメラミン樹脂ペイント(AMペイント)に導入し、そしてプラスチックビーカー中で85部の3mmの直径のガラスビーズでペイントシェーカーで60分間分散させる。次いで、60部の調合した混合物を添加し、そしてこの混合物をペイントシェーカーで3分間分散させる。次いで、フルシェイドのコーティングを粉砕体からふり分けする。

【0075】透明で強く着色したコーティングフィルムが非常に良好な光沢で得られる。

実施例8

【0076】

【化11】



【0077】95部のN-3-アミノプロピルモルホリンを最初に攪拌できる容器に導入し、次いで5.1部のペリレン-3,4,9,10-テトラカルボン酸一無水物モノメチルイミドを導入する。次いで、この混合物を150℃に加熱し、そして150℃で1時間攪拌する。次いで、100℃に冷却し、そして100部の水を添加する。60℃に冷却した後に、顔料分散剤を吸引濾過し、水で洗浄して中和し、そして80℃で乾燥する。

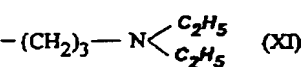
【0078】6.5部の式(XI)の顔料分散剤が得られる。

【0079】透明で強く着色したコーティングフィルムをAMコーティングに与える顔料配合物が得られる。レオロジーは5に評価され、そして粘度は4.9sである。

実施例9

【0080】

【化12】



0℃で5時間攪拌する。25℃に冷却した後に顔料分散剤を吸引濾過し、そして水で洗浄して中和する。このフィルターケーキを400部の1%濃度の水酸化カリウム溶液に導入し、そしてこの混合物を90℃に加熱し、そしてこの温度で1時間攪拌する。次いで、この固形物を90℃で

吸引濾過し、流出物が無色になるまで1%濃度の熱水酸化カリウム溶液で洗浄する。次いで水で洗浄して中和

分析：計算値：72.4% C、5.3 %H、7.7 %N、14.6%O

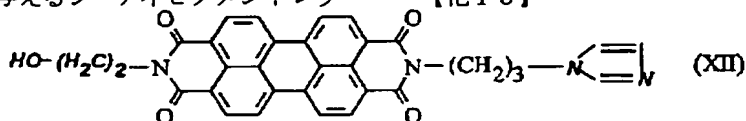
実測値：72.5% C、5.4 %H、7.8 %N、14.6%O

¹H- および¹³C-NMR スペクトルは、上記した構造式と一致する。

実施例 9 a

19部の実施例 6 a に従って製造される顔料および1部の実施例 9 に従って製造される式(XI)の顔料分散剤を機械的に混合する。

【0083】透明で強く着色したコーティングフィルムをPURコーティングに与えるシーアイピグメントレット



【0085】348部の水を最初にオートクレーブに導入し、17.4部のペリレン-3,4,9,10-テトラカルボン酸一無水物モノヒドロキシエチルイミドを導入し、そして10.0部の1-(3-アミノプロピル) イミダゾールを添加する。次いで、この混合物を加圧下に150℃に加熱し、そして150℃で5時間攪拌する。25℃に冷却した後、顔料分散剤を吸引濾過し、そして水で洗浄して中和する。この

分析：計算値：70.9% C、4.1 %H、10.3%N、14.8%O

実測値：71.7% C、4.2 %H、10.0%N、15.4%O

¹H- および¹³C-NMR スペクトルは、上記した構造式と一致する。

実施例 10 a

9.5部のシーアイピグメントバイオレット19を、0.5部の実施例 10 に従って製造される式(XII)の顔料分散剤と機械的に混合する。

【0087】透明で強く着色したコーティングフィルムをAMコーティングに与える顔料配合物が得られる。レオロジーは5に評価され、そして粘度は5.2sである。透明で強く着色したコーティングフィルムがPURコーティングに得られる。メタリックコーティングフィルムは鮮明で強く着色している。

し、そして80℃で乾燥する。

【0082】18.0部の式(XI)の顔料分散剤が得られる。

ド179を基材とする顔料配合物が得られる。メタリックコーティングフィルムは、鮮明であり、着色が強い。透明で強く着色したコーティングフィルムがPEコーティングに得られる。ここでも、メタリックコーティングフィルムは強く着色している。

実施例 10

【0084】

【化13】

フィルターケーキを500部の水に導入し、0.4部の10%濃度の水酸化ナトリウム溶液を添加してpHを8~9として、この混合物を90℃に加熱し、そしてこの温度で1時間攪拌する。次いで、顔料分散剤を90℃で吸引濾過し、水で洗浄して中和し、そして80℃で乾燥する。

【0086】21.1部の式(XII)の顔料分散剤が得られる。

実施例 10 b

19部の実施例 6 a に従って製造されるシーアイピグメントレッド179、0.5部の実施例 10 に従って製造される式(XII)の顔料分散剤および0.5部の実施例 6 に従って製造される式(XI)の顔料分散剤を機械的に混合する。

【0088】透明で強く着色したコーティングフィルムをAMコーティングに与える顔料配合物が得られる。レオロジーは5に評価され、そして粘度は3.4sである。オーバーコーティングに対する堅牢度は非常に良好である。透明で強く着色したコーティングフィルムがPURコーティングに得られる。

フロントページの続き

(51)Int.Cl.⁶

識別記号

C 09 D 7/12

11/00

// C 09 B 5/62

F I

C 09 D 7/12

11/00

C 09 B 5/62

(72)発明者 デイーター・シユナイトマン
ドイツ連邦共和国、65817 エップシュタ
イン、ツァイルリング、28アー

(72)発明者 マルギット・ハーバーリック
ドイツ連邦共和国、65520 パート・カム
ベルク、クウエレンヴェーク、30

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-166128

(43)Date of publication of application : 22.06.1999

(51)Int.Cl.

C09B 67/22
 B05D 7/24
 C08K 5/3437
 C09B 67/20
 C09D 7/12
 C09D 11/00
 // C09B 5/62

(21)Application number : 10-056934

(71)Applicant : CLARIANT GMBH

(22)Date of filing : 09.03.1998

(72)Inventor : URBAN MANFRED
 SCHNAITMANN DIETER DR
 HABERLICK MARGIT

(30)Priority

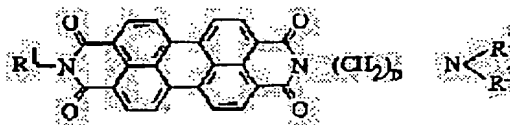
Priority number : 97 19709798 Priority date : 10.03.1997 Priority country : DE

(54) PIGMENT MIXTURE AND ITS PRODUCTION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To obtain a pigment mixture having excellent coloring properties and rheological properties by mixing an organic pigment with a pigment dispersant being a specified perylene compound.

SOLUTION: The pigment composition comprises the following components A and B: (A) at least one organic pigment selected from the group consisting of perylene, perinone, quinacridone, azo, benzimidazolone, anthraquinone and anthanthrone pigments; and (B) at least one pigment dispersant represented by the formula (wherein R¹ is a hydrogen atom, hydroxyl, amino, or a 1-8C alkyl which may be substituted with 1-4 chlorine or bromine atoms, phenyl groups, cyano groups, hydroxyl groups or the like; R² and R³, which are independent of each other, are each a hydrogen atom, a substituted or unsubstituted or partially fluorinated or perfluorinated 1-20C alkyl or 2-20C alkenyl group; and n is a number of 1-6).



LEGAL STATUS

[Date of request for examination] 24.02.2005

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or

* NOTICES *

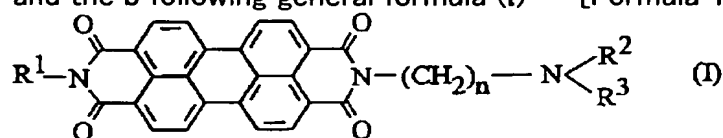
JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CLAIMS

[Claim(s)]

[Claim 1] a) at least a kind of organic pigment chosen from the group which consists of perylene and peri non, Quinacridone, azo, benzoimidazolone, anthraquinone, or an ANTAN TRON pigment, and the b following general formula (I) — [Formula 1]



(R¹ is an alkyl group which has a hydrogen atom, the hydroxyl, amino, or 1-8 carbon atoms among a formula.) This 1-4 chlorine or a bromine atom, phenyl, the cyano ** hydroxyl, [whether carbamoyl, C2-C4-acyl, or a C1-C4-alkoxy group may permute by arbitration, and] It is fluorinated by perfluoro-izing or the partial target. Or R² and R³ Independently mutually A hydrogen atom, or [a permutation or / unsubstituted or / being fluorinated partially] — or [or / the alkyl group which has 1-20 perfluoro-ized carbon atoms, a permutation, or / unsubstituted or / being fluorinated partially] — or 2-20 perfluoro-ized carbon atoms It is the alkenyl radical which it has. A substituent in that case The hydroxyl, phenyl, cyano ** chlorine, bromine, C2-C4-acyl, or C1-C4-alkoxy ***** — things are made or R² and R³ a nitrogen atom — together — becoming — saturation, partial saturation, or aromatic series heterocycle — forming — this — arbitration — further — nitrogen, oxygen, or a sulfur atom — the inside of a ring — containing — **** — and n the number of 1-6 — it is — pigment compound which contains a kind of pigment agent expressed at least.

[Claim 2] R¹ A hydrogen atom, benzyl, a C1-C6-alkyl group, or the hydroxyl, It is the C2-C6-alkyl group permuted by 1 or two substituents which were chosen from the group which consists of amino, acetyl, methoxy, and ethoxy ** chlorine and a bromine. R² and R³ independently mutually A hydrogen atom, a C1-C6-alkyl group, Or [whether it is the C1-C6-alkyl group permuted by 1 or two substituents which were chosen from the group which consists of hydroxyl, acetyl, methoxy, and ethoxy ** chlorine and a bromine and] Or R² and R³ become together with an adjoining nitrogen atom, imidazolyl, piperidinyl one, mol HORINIRU, PIPEKORINIRU, pyrrolyl, pyrrolidinyl, pyrazolyl, or a piperazinyl ring is formed, and it is n. Pigment compound according to claim 1 which is the number of 2 or 3.

[Claim 3] R¹ is methyl or an ethyl group, R² and R³ are methyl or an ethyl group, respectively, and it is n. Pigment compound according to claim 1 or 2 which is 3.

[Claim 4] R¹ is a hydrogen atom or hydroxy ethylene, and R² and R³ are methyl or an ethyl group, respectively, or R² and R³ become together with an adjoining nitrogen atom, imidazolyl or a mol HORINIRU radical is formed, and it is n. Pigment compound according to claim 1 or 2 which is 3.

[Claim 5] a) Perylene [99.5 – 80% of the weight of], and peri non, Quinacridone, At least a kind of organic pigment chosen from the group which consists of benzoimidazolone, azo, anthraquinone, or an ANTAN TRON pigment, b) It is 1 – 10% of the weight of a formula (I) preferably 0.5 to 20% of the weight. At least a kind of perylene compound expressed, c) Pigment

compound containing 0 – 10% of the weight of a surfactant, and the 0–10 % of the weight usual additive (the rate of the component of each [here] is based on the weight (100 % of the weight) of the whole compound) according to claim 1 to 4.

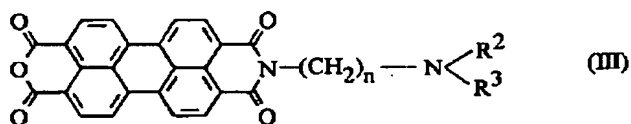
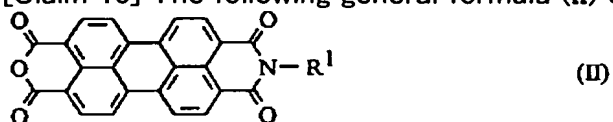
[Claim 6] It sets to the approach of manufacturing a pigment compound according to claim 1 to 5, and is a formula (I). The above-mentioned approach of consisting of making a pigment agent and an organic pigment act mutually at the time of a request of the production process.

[Claim 7] Then before pigment composition, it sets to the back then then before the pulverizing process of a pigment before solvent processing of a pigment, and is a formula (I). The approach according to claim 6 of adding a pigment agent.

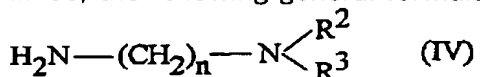
[Claim 8] The approach according to claim 6 or 7 of mixing a pigment agent and/or an organic pigment with the gestalt of a water humid filter press cake.

[Claim 9] The approach according to claim 6 of mixing a pigment agent and an organic pigment as desiccation powder mutually.

[Claim 10] The following general formula (II) or (III) [Formula 2]



the perylene -3 come out of and expressed, 4 and 9, 10-tetracarboxylic acid 1 anhydride mono-imide, the following general formula (IV), or (V) — [Formula 3]



It is a method according to claim 6 of manufacturing a pigment agent and an organic perylene pigment as mixture by the reaction with the amine expressed with (R1, R2, R3, and n have semantics according to claim 1).

[Claim 11] How to use a pigment compound according to claim 1 to 5 as a coloring agent in the nature of the gestalt of a plastics constituent, melt, a spinning solution, coating, paint, a toner, or printing ink, or coloring of the amount organic material of synthetic macromolecules.

[Claim 12] Formula essentially indicated by a kind of organic pigment chosen from the group which consists of perylene and peri non, Quinacridone, azo, benzoimidazolone, anthraquinone, or an ANTAN TRON pigment, and claim 1 at least (I) Pigment preparation object which consists of an amount organic material of macromolecules indicated by at least a kind of pigment agent and claim 11 which are expressed.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. **** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

DETAILED DESCRIPTION

[Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention relates to the approach of using the new pigment compound which has the coloring (coloristic) and the rheology property which have been improved, its manufacture approach, and it for coloring of the amount ingredient of macromolecules.

[0002]

[Description of the Prior Art] A pigment compound is the combination of a pigment and the structurally similar pigment agent permuted by the substituent which has a specific operation. A pigment agent makes distribution to media, especially coating easy, and in order to improve the rheology and coloring property of a pigment, it is added by the pigment. The viscosity of the coating concentrate highly colored by this means is low (mill base), and condensation of a pigment particle does not take place.

[0003] Although many proposals for improving the rheology and coloring property of an organic pigment by adding a pigment agent are made, the result always desired by these is not necessarily obtained. the European Patent application public presentation Ath -0 321 919 Manufacturing a pigment compound is indicated by mixing the pigment derivative containing a methylene imidazolyl radical with a basic pigment on number specifications. In the field of a perylene pigment, the pigment compound which has the coloring property of satisfying current requirements is not obtained any longer.

[0004] the German patent application public presentation Ath -3 160 906 Manufacture of the pigment agent containing a sulfonamide radical is indicated by the number specification. However, the pigment agent which uses as a base material the perylene compound indicated here has the defect in which coloring and a rheology property are remarkable. United States patent 4th — 762 569 Manufacture of the pigment compound which uses the symmetry perylene -3, 4 and 9, and 10-tetracarboxylic acid diimide as a base material is indicated by the number specification. These pigment compounds are suitable only for using it for a solvent content system. These do not satisfy all the requirements required of a pigment compound about a rheology and a coloring property. A high pigment agent content is not enough as especially a coloring property any longer, and, in many cases, loss of remarkable gloss and the deflection of a color tone are checked. Furthermore, these pigment agents do not have the enough fastness to a solvent and exaggerated paint, and that use is restricted as this result.

[0005]

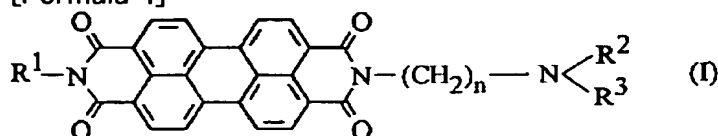
[Problem(s) to be Solved by the Invention] Therefore, the technical problem that the pigment compound which conquered the above-mentioned fault of the conventional technique about the coloring property, the rheology, and the general application was offered occurred.

[0006]

[Means for Solving the Problem] To a surprising thing, this technical problem is the unsymmetrical perylene more than a kind besides a basic pigment. - Being solved with the pigment compound containing 3, 4, 9, and 10-tetracarboxylic acid diimide was found out. at least a kind of organic pigment chosen from the group which this invention becomes from a perylene

and peri non, Quinacridone, azo, benzoimidazolone, anthraquinone, or an ANTAN TRON pigment, and the b following general formula — (I [0007])

[Formula 4]



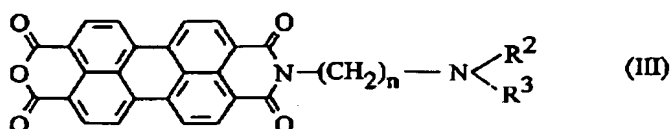
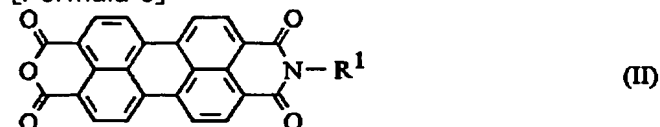
[0008] (R1 is an alkyl group which has a hydrogen atom, the hydroxyl, amino, or 1-8 carbon atoms among a formula.) This 1-4 chlorine or a bromine atom, phenyl, the cyano ** hydroxyl, [whether carbamoyl, C2-C4-acyl, or a C1-C4-alkoxy group may permute by arbitration, and] It is fluorinated by perfluoro-izing or the partial target. Or R2 and R3 Independently mutually A hydrogen atom, or [a permutation or / unsubstituted or / being fluorinated partially] — or [or / the alkyl group which has 1-20 perfluoro-ized carbon atoms, a permutation, or / unsubstituted or / being fluorinated partially] — or 2-20 perfluoro-ized carbon atoms It is the alkenyl radical which it has. A substituent in that case The hydroxyl, phenyl, cyano ** chlorine, bromine, C2-C4-acyl, or C1-C4-alkoxy ***** — things are made, and it is 1-4 pieces preferably, or R2 and R3 a nitrogen atom — together — becoming — a saturation, partial saturation, or aromatic series heterocycle type ring — forming — this — arbitration — further — — nitrogen, oxygen, or a sulfur atom — the inside of a ring — containing — **** — and n the number of 1-6 — it is — it is related with the pigment compound which contains a kind of pigment agent expressed at least.

[0009] The desirable pigment agent of this invention is a formula (I). It sets. R1 Hydrogen atom, Benzyl, a C1-C6-alkyl group or the hydroxyl, amino, It is the C2-C6-alkyl group permuted by 1 or two substituents which were chosen from the group which consists of acetyl, methoxy, and ethoxy ** chlorine and a bromine. R2 and R3 independently mutually A hydrogen atom, a C1-C6-alkyl group, Or [whether it is the C1-C6-alkyl group permuted by 1 or two substituents which were chosen from the group which consists of hydroxyl, acetyl, methoxy, and ethoxy ** chlorine and a bromine, and] Or R2 and R3 become together with an adjoining nitrogen atom, imidazolyl, piperidinyl one, mol HORINIRU, PIPEKORINIRU, pyrrolyl, pyrrolidinyl, pyrazolyl, or a piperazinyl ring is formed, and it is n. It is the compound which is the number of 2 or 3.

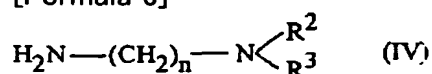
[0010] Setting to this invention, especially the pigment compound for an important nonaqueous nature system is a formula (I) as a pigment agent. It sets, R1 is methyl or ethyl, R2 and R3 are methyl or ethyl, respectively, and it is n. A kind of perylene [at least] compound which is 3 is contained. Especially the important pigment compound for an aquosity system is a formula (I) as a pigment agent. It sets. R1 It is hydrogen or hydroxy ethylene and R2 and R3 are methyl or ethyl, respectively. And n It is 3, or R2 and R3 become together with an adjoining nitrogen atom, an imidazolyl radical or a mol HORINIRU radical is formed, and it is n. A kind of perylene [at least] compound which is 3 is contained.

[0011] Formula used as a pigment agent b according to this invention (I) A perylene compound is a well-known compound. these — the German patent application public presentation Ath -3 017 185 a number specification — following — for example, — respectively — the following general formula (II) or (III) [0012]

[Formula 5]



[0013] Perylene come out of and expressed - 3, 4, 9, 10-tetracarboxylic acid 1 anhydride mono-imide, the following general formula (IV), or (V) [0014]
[Formula 6]



[0015] It can come out and can manufacture by the reaction with the amine expressed. Here, they are R1, R2, R3, and n. Have above semantics, and (II) and (IV) are made to react, or (III) it is (V). It is made to react and is a formula (I). It considers as a compound. A condensation reaction is usually performed at the temperature of 50-180 degrees C to the bottom of pH condition alkaline in the inside of a water solution. An amine is used superfluously [it is desirable and / here]. Formula formed (I) A compound is isolated from a reaction mixture by filtering. Instead of an aquosity medium, the condensation reaction between two reactants can also be performed in organic [in an inactive organic solvent], or an aquosity organic medium.

[0016] The example of the amine of the formula (IV) which can be used Dimethylamino ethylamine, diethylamino ethylamine, a 2-ethylhexyl aminoethyl amine, A stearyl aminoethyl amine, an oleyl aminoethyl amine, dimethylamino propylamine, Dibutylaminopropylamine, a diethylamino butylamine, a dimethylamino amyl amine, They are diethylamino hexylamine, piperidino monomethylamine, piperidino ethylamine, piperidino propylamine, PIPEKORINO ethylamine, PIPEKORINO propylamine, imidazolo propylamine, morpholino ethylamine, and morpholino propylamine.

[0017] Formula which can be used (V) The examples of an amine are NH3, monomethylamine, ethylamine, n propylamine, n butylamine, n-hexylamine, beta-hydroxy ethylamine, a hydroxylamine, and a hydrazine. In this invention the example of a desirable organic pigment The C eye pigment red 123 (C. I.No.71145), The C eye pigment red 149 (C. I.No.71137), the C eye pigment red 178 (C. I.No.71 155), The C eye pigment red 179 (C. I.No.71 130), The C eye pigment red 190 (C. I.No.71 140), The C eye pigment red 224 (C. I.No.71 127), The C eye pigment violet 29 (C. I.No.71 129), C eye pigment Orange 43 (C. I.No.71 105), The C eye pigment red 194 (C. I.No.71100), The C eye pigment violet 19 (C. I.No.73 900), The C eye pigment red 122 (C. I.No.73 915), The C eye pigment red 209 (C. I.No.73 905), The C eye pigment yellow 147, the C eye pigment red 168 (C. I.No.59 300), The C eye pigment yellow 120 (C. I.No.11 783), The C eye pigment yellow 151 (C. I.No.13 980), C eye pigment Brown 25 (C. I.No.12 510), The C eye pigment violet 32 (C. I.No.12 517), The C eye pigment red 170 (C. I.No.12 475), C eye pigment Orange 38 (C. I.No.12 367), The C eye pigment red 188 (C. I.No.12467), The C eye pigment red 187 (C. I.No.12 486), C eye pigment Orange 34 (C. I.No.21 115), C eye pigment Orange 13 (C. I.No.21 110), The C eye pigment red 9 (C. I.No.12 460), the C eye pigment red 2 (C. I.No.12 310), The C eye pigment red 112 (C. I.No.12 340), They are the C eye pigment red 7 (C. I.No.12 420), the C eye pigment red 210 (C. I.No.12 477), and the C eye pigment red 12 (C. I.No.12 385).

[0018] Although the amount of the pigment agent b in the pigment compound by this invention is not restricted unless the pigment quality demanded receives a bad influence, generally it is calculated on the basis of the weight of the whole pigment compound, and the pigment agent of 1 - 10% of the weight of an amount is preferably suitable for it 0.5 to 20% of the weight. Besides Pigment a and a pigment agent b, the pigment compound by this invention may contain the usual additive of other components, for example, a surfactant, resin, a defoaming agent, an anti-dust agent (anti-dusting agent), an extender, or others.

[0019] Preferably the pigment compound by this invention a99.5-80 % of the weight, Perylene and peri non, at least a kind of organic pigment chosen from the group which consists of Quinacridone, benzoimidazolone, azo, anthraquinone, or an ANTAN TRON pigment, b) It is 1 - 10% of the weight of a formula (I) preferably 0.5 to 20% of the weight. At least a kind of perylene compound expressed, c) 0 - 10% of the weight of a surfactant and the d0-10 % of the weight usual additive are contained, and the rate of the component of each [here] is based on the

weight (100 % of the weight) of the whole compound.

[0020] The surface active agent which can be used An anion, a usual cation, or the usual Nonion nature surface active agent, For example, anionic matter, for example, fatty-acid TAURIDO, fatty-acid N-methyl TAURIDO, Fatty-acid isethionate, alkylbenzene sulfonate, alkyl naphthylene sulfonate, Alkyl-phenol-polyglycol-ether-sulfate and fatty alcohol polyglycol ether-sulfate; A fatty acid, For example, a palmitic acid, stearin acid, and oleic acid; Soap, for example, a fatty acid, The alkali-metal salt of a naphthenic acid and resin acid, for example, an abietic acid, and alkali solubility resin, For example, colophonium denaturation maleate resin; The cationic matter, for example, quaternary ammonium salt, They are fatty amine oxy-ethylate, fatty amine polyglycol ether, and fatty amine; and the Nonion nature matter, for example, the fatty alcohol polyglycol ether, fatty alcohol polyglycol ester, and alkyl phenol polyglycol ether.

[0021] The examples of the usual additive which can be used are a defoaming agent, an extender, a filler, a standardization agent, antiseptics, a desiccation retarder, and a bubble reduction agent. The pigment compound by this invention is the powder or granulation which flows freely in principle. Probably the dispersion effect attained by this invention is a formula (I). It is thought that it is based on the denaturation of the surface structure of the organic pigment a with the perylene compound expressed. Therefore, in some cases, the quality of the pigment compound manufactured using the activity of a pigment agent and it differs according to the addition time amount of the dispersant in the production process of an organic pigment. The property and the application approach of a pigment agent also influence.

[0022] Either mixture with one kind of pigment agent or the mixture of one kind of organic pigment and some kinds of pigment agents is preferably OK as some kinds of pigment compounds [each of] by this invention with two kinds of organic pigments. This invention relates also to the manufacture approach of the pigment compound by this invention which consists of making a pigment agent and an organic pigment act mutually at the time of a request of the production process.

[0023] Pulverizing by the isolation as finishing the manufacture approach of an organic pigment used grinding or re-sedimentation depending on the composition and the case, and the solvent was used for it depending on the case, for example and a filter press cake, or desiccation powder is also included. [whose] For example, a pigment agent can be added then before a pulverizing process then before pigment composition, or the continuing solvent processing (finishing). The temperature of 0-200 degrees C is produced here. Naturally, when this pigment agent is various, it can also be classified and added.

[0024] Addition of a pulverizing process is performed in the case of wet grinding of the rough pigment which used for example, the bead mill in aquosity and aquosity-organic or organic tumbling media in the case of the drying grinding of a rough pigment which used the roll or the vibration mill without using, for example, using an additional grinding aid. Addition of the pigment agent at that time before finishing of the organic pigment in the inside of aquosity, aquosity-alkalinity, and aquosity-organic or an organic medium is suitable similarly.

[0025] A pigment agent can be made as for addition and incorporation to a water humid pigment filter press cake, before drying, and the pigment agent itself can be in the condition of a filter press cake in that case. Furthermore, it is also possible to carry out desiccation mixing of a powdered pigment agent and the pigment powder. Furthermore, a formula (IV) or (V) It is also possible to compound a pigment agent and a perylene pigment as mixture by the reaction using the same amine expressed.

[0026] United States patent 4th — 762 569 As compared with the pigment agent indicated by the number specification, it had only one base radical per molecule, and since the activity of a pigment agent decreased so that the number of base radicals usually decreased, it was surprising [having the pigment agent property with remarkable unsymmetrical perylene -3, 4 and 9 and 10-tetracarboxylic acid diimide which ** (ed) and was excellent], and was being unable to expect again. Furthermore, the pigment agent used according to this invention has the improved strong property, and is suitable for using it for both a solvent content system and an aquosity system.

[0027] The pigment compound obtained according to this invention is excellent in the remarkable coloring and a rheology property especially the high stability over condensation, easy

dispersibility, a good gloss property, and high tinting strength. The pigment compound manufactured according to this invention is applicable to coloring of nature or the amount organic material of synthetic macromolecules.

[0028] The example of the amount organic material of macromolecules which can be colored with the above-mentioned pigment compound Cellulose ether and ester, for example, ethyl cellulose, a nitrocellulose, Cellulose acetate or cellulose butyrate, natural resin, or synthetic resin, For example, addition resin or condensation resin, for example, amino plast, especially urea – and melamine–formaldehyde resin, Alkyd resin, acrylic resin, phenoplast, a polycarbonate, Polyolefine, for example, polystyrene, a polyvinyl chloride, polyethylene, and polypropylene, It is each or mixture of a polyacrylonitrile, polyacrylic ester, a polyamide, polyurethane or polyester, rubber, casein, silicone, and silicone resin.

[0029] It is not important whether it is the gestalt of whether the above-mentioned amount organic compound of giant molecules is the gestalt of a plastics constituent or melt here, a spinning solution and coating, paint, or printing ink. It is useful to use it as a preparation object or dispersion liquid according to a desired application by considering the pigment compound obtained according to this invention as a blend. The pigment compound by this invention is preferably used in 0.1 – 10% of the weight of an amount on the basis of the amount organic material of macromolecules colored.

[0030] The reverse is possible only in adding a pigment agent to a pigment, or media. Therefore, this invention essentially relates to the above-mentioned organic pigment, the above-mentioned pigment agent, the above-mentioned amount organic material of giant molecules especially coating, and the pigment preparation object that contains a surfactant and/or the other usual additives depending on the case. An organic pigment and the amount of the whole pigment agent are 1 – 10 % of the weight preferably on the basis of the weight of the whole pigment preparation object.

[0031]

[Example] In order to evaluate the property of the pigment compound manufactured according to this invention in the coating field, aquosity coating which uses as a base material the high solid content acrylic resin baking enamel and polyurethane (PUR) which use as a base material polyester coating (PE) which uses as a base material aromatic series content alkyd melamine resin coating (AM), cellulose acetobutyrate, and melamine resin which use middle oil (medium-oil) alkyd resin and butanol-etherification melamine resin as a base material, and nonaqueous nature dispersion liquid (HS) was chosen from coating of well-known a large number.

[0032] DIN 55986 It followed and tinting strength and a color tone were evaluated. The rheology (mill base rheology) of the ingredient with which it was ground after distributed actuation was evaluated in the following five phases.

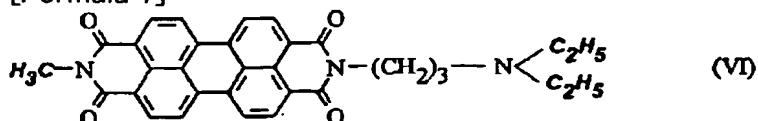
5 thin — liquefied — 4 liquefied — 3 ***** 2 small — coagulation 1 After diluting the ingredient by which coagulation grinding was carried out to final pigment concentration, Viscospatula by Rossmann of Erichsen and Type 301 estimated viscosity.

[0033] Measurement of gloss is DIN 67530 (ASTM D 523). It followed and the include angle of 20 degrees performed with the cast film with the "multi-gloss (multigloss)" gloss measurement vessel of Byk-Mallinckrodt. The fastness to a solvent is DIN 55976. It followed and measured. The fastness to over coating is DIN 53221. It followed and measured.

[0034] The crystal phase of a pigment and a pigment compound was measured by X-segment light method. X-line spectrum was recorded using the Cu K alpha emission. In the following examples, the section and a percentage are the weight sections and the weight percent of the matter which was indicated, respectively.

Example 1 [0035]

[Formula 7]



[0036] 360 Introduce the water of the section into an autoclave first and it is the perylene of the 24.3 sections. — 3, 4, 9, and 10-tetracarboxylic acid 1 anhydride monomethyl imide are introduced, and N of the 31.2 sections and N-diethylamino propylamine are added. Subsequently, this mixture is heated under pressurization at 150 **, and it agitates by 150 ** for 5 hours. After cooling at 25 degrees C, suction filtration of the pigment agent is carried out, and it washes with water, and neutralizes, and dries at 80 degrees C.

[0037] The pigment agent of the formula (VI) of the 27.4 sections is obtained.

analysis: — calculated—value: — 74.3%C, 5.2 %H, 8.1 %N, and 12.4%O actual measurement: — 73.4%C, 5.0 %H, 8.1 %N, and 12.4%O 1H— And 13 C-NMR A spectrum is in agreement with the above-mentioned structure expression.

It introduces into the container which can agitate the water of the one aexample 3000 section first, and is 540. Perylene of 27.8% purity of the section — It introduces agitating the filter cake of 3, 4, 9, and 10-tetracarboxylic dianhydride. It is 222, after adding the aqueous rosin soap of 50% concentration with which the 16 sections are marketed to this suspension and cooling at 0–5 degrees C. It is dropped covering the aqueous monomethylamine solution of 45.5% concentration of the section for 10 minutes, and adds. This mixture is agitated for 15 more minutes at 0–5 degrees C. It is 250 to the solution obtained. It is dropped covering the solution of the anhydrous salt-ized calcium of the 84.9 underwater sections of the section for 15 minutes at 0–5 degrees C, and this mixture is agitated at 0–5 degrees C for 1 hour. It agitates at 80 degrees C for 1 hour until it heats this suspension at 80 degrees C and ring closure is completed. Subsequently, the distearyldimethyl ammonium chloride of the eight sections and the suspension of the water of the 350 sections are dropped, and this mixture is agitated at 80 degrees C for 1 hour. The formic acid of concentration is dropped at this temperature 98%, and it adds after cooling at 50 degrees C until pH is set to 7. This mixture is agitated for 30 minutes at 50 degrees C, and suction filtration of the pigment obtained is carried out, it washes with water until chloride ion is lost, and it dries in a recirculating-air cabinet at 80 degrees C.

[0038] 172.3 The C eye pigment red 179 (C. I.No.71 130) of the section is obtained. The above-mentioned pigment of the 19 sections is mixed on the pigment agent and machine target to which it is expressed with the formula (IV) of the one section manufactured according to an example 1. The pigment compound which gives the coating film colored transparently strongly to AM coating is obtained. a rheology is evaluated to 5 — having — and viscosity — 13.6s it is . The fastness to over coating and the fastness to a solvent are very good.

[0039] When not adding a pigment agent, a coating film has remarkably weak coloring. A rheology is evaluated by 1, and since viscosity is high, it cannot be measured any longer by Viscospatula. Example 1b (example of a comparison)

the above-mentioned pigment of the 19 sections — United States patent 4th — 762 569 It mixes on the pigment agent and machine target of the one section which are manufactured according to the example 1 of a number specification.

[0040] Although the completely transparent coating film colored strongly is given in AM coating, a pigment compound with inadequate fastness to over coating and fastness to a solvent is obtained. It has grown dim remarkably. Since coloring is insufficient, this pigment compound is remarkably inferior to it of example 1a.

Example 1c cyclization and hydrolysis: 150 750 which contains P2O5 [>84%] for 2 of the section, and 5-dianilino terephthalic acid It introduces, agitating at 80–90 degrees C to the polyphosphoric acid of the section, and this mixture is heated by 125 ** for 1 hour, and cyclization to Quinacridone is performed. Subsequently, a reaction mixture is hydrolyzed, agitating at 80 degrees C with the phosphoric acid of the 3375 sections of concentration 13.9%. In the case of this actuation, temperature rises at 105 degrees C. This mixture is agitated by 105 ** for 1 hour. Subsequently, suction filtration of the rough pigment is carried out, and it washes and neutralizes. 734 which mainly consists of an alpha-phase The rough pigment filter cake of 18.0% purity of the section is obtained.

Phase inversion: 694.5 It introduces into the container which can agitate the rough pigment filter cake of the section. 680.5 The sodium hydroxide (98% purity) of the water of the section, and the 12.9 sections, and 375 The isobutanol (100 % purity) of the section is added, and this mixture is

heated under pressurization by 150 °C for 5 hours. After cooling at 90 degrees C, azeotropic distillation of the isobutanol is carried out to 100 °C in the transition point. Suction filtration of the rough pigment is carried out, and it washes with water, and neutralizes [this suspension is cooled at 60 degrees C, and], and dries at 80 degrees C. 115.7 of beta-phase A crystalline rough pigment is obtained by the altitude of the section.

Grinding: The sodium-hydroxide solution of the 77 sections of 1% concentration, and 6.3 The suspension which consists of a pigment agent of the formula (VI) manufactured according to the example 1 of the above-mentioned coarse crystalline Quinacridone rough pigment (beta-phase) of the section, and the 0.32 sections The ball mill which was filled up with the zirconium mixed oxide bead of the diameter of 0.3 of the 354 section - 0.4 mm as a grinding body and which can be agitated (it type-PML(s)) Manufacturers Dräwiwerke GmbH and Mannheim — measuring addition — carrying out — and 15.6 m/s 3.1kW per churning peripheral speed and 1l. grinding space a ratio — current density (specific power density) grinds for 15 minutes at 25 degrees C. Subsequently, the ground suspension is sifted out from a grinding body, a grinding body is washed with water, suction filtration of the ground suspension which was put together is carried out, and it washes with water, and dries at 80 degrees C.

[0041] Transparent 6.2 which gives the coating film colored strongly to AM coating in a deep color tone The pigment compound which uses the C eye pigment violet 19 (C. I.No.73 900) of the section as a base material is obtained. A rheology is evaluated by 5. Viscosity is 3.1s and gloss measurement shows the value of 78. When not adding a pigment agent, a coating film has palely weak coloring remarkably.

The coarse crystalline perylene rough pigment of 1d 30 sections of examples (the C eye pigment red 149 (C. I.No.71 137)) (the German patent application public presentation Ath -1 067 157 following a number specification manufacture), 150 The anhydrous sodium sulfate of the section, and 1.6 The pigment agent of the formula (VI) manufactured according to the example 1 of the section A steatite (steatite) bead with a diameter [of the 1400 sections] of 12mm is introduced into the steel iron container with which it was filled up to 80 capacity % as a grinding body. And it is 8-hour 4mm at a vibration mill (Type Vibratom, Manufacturers Siebtechnik and Muehlheim). 1400 revolutions per minute grind with an oscillating circle. Subsequently, the ground ingredient is sifted out from a grinding body. The ground ingredient is introduced into the water of the 1500 sections, and mixture is agitated at 80 degrees C for 1 hour. Subsequently, suction filtration of the pigment compound is carried out, it washes with water until a salt is lost, and it dries at 80 degrees C.

[0042] The pigment compound which uses the C eye pigment red 149 of the 27.8 sections as a base material is obtained. The coating film colored transparently strongly is obtained in AM coating. The fastness to over coating is very good.

Example one e4.5 It is the C eye pigment red 122 (C. I.No.73 915) which is the quinacridone pigment of the section 0.045 It mixes on the pigment agent and machine target of a formula (VI) which are manufactured according to the example 1 of the section.

[0043] Transparently, the pigment compound which gives the coating film colored strongly to AM coating is obtained. A rheology is evaluated by 5 and viscosity is 4.9s. The fastness to over coating is very good.

Example 1f9.5 It is the C eye pigment red 149 (C. I.No.71 137) which is the perylene pigment of the section 0.5 It mixes on the pigment agent and machine target of a formula (VI) which are manufactured according to the example 1 of the section.

[0044] Transparently, the pigment compound which gives the coating film colored strongly to AM coating is obtained. Viscosity is 9.5s. Gloss measurement shows the value of 91. In not adding a pigment agent, a coating film has more opaque coloring, and it is light, is weak, and, as for gloss measurement, shows the value of 7. viscosity — 33.1s it is .

1g (example of a comparison) of examples

9.5 the C eye pigment red 149 which is the perylene pigment of the section — 0.5 United States patent 4th of the section — 762 569 It mixes on the pigment agent and machine target which are manufactured according to the example 1 of a number specification.

[0045] The rheology of AM coating is evaluated by 1 and the pigment compound whose viscosity

is 120s is obtained. Gloss measurement shows the value of 5. Coloring and a rheology property are inferior to what is manufactured according to 1f of examples in this pigment compound remarkably.

Example 1h9.5 It is the C eye pigment red 224 (C. I.No.71 127) which is the perylene pigment of the section 0.5 It mixes on the pigment agent and machine target of a formula (VI) which are manufactured according to the example 1 of the section.

[0046] Transparently, the pigment compound which gives the coating film colored strongly to AM coating in a deep color tone is obtained. A rheology is evaluated by 5 and viscosity is 2.8s.

The C eye pigment violet 32 (C. I.No.12 517) which is the benzoimidazolone pigment of the 1example 4.75 section is mixed on the pigment agent and machine target of a formula (VI) which are manufactured according to the example 1 of the 0.25 sections.

[0047] Transparently, the pigment compound which gives the coating film colored strongly to AM coating is obtained. A rheology is evaluated by 5 and viscosity is 3.7s. In not adding a pigment agent, it is remarkably opaque, and it is light, and a coating film has weak coloring, and it is condensing it very much.

It is the C eye pigment red 168 (C. I.No.59 300) which is the ANTAN TRON pigment of the 1example 19.5 section 0.5 It mixes on the pigment agent and machine target of a formula (VI) which are manufactured according to the example 1 of the section.

[0048] Transparently, the pigment compound which gives the coating film colored strongly to AM coating is obtained. A rheology is evaluated by 5 and viscosity is 3.3s. When not adding a pigment agent, it is remarkably opaque, and it is light and a coating film has weak coloring.

Example 1k9.5 He is C eye pigment Brown 25 (C. I.No.12 510) who is the benzoimidazolone pigment of the section 0.5 It mixes on the pigment agent and machine target of a formula (VI) which are manufactured according to the example 1 of the section.

[0049] Transparently, the pigment compound which gives the coating film colored strongly to AM coating is obtained. Viscosity is 5.2s. When not adding a pigment agent, a coating film has remarkably weak coloring.

Example 1l9.5 It is the C eye pigment red 194 (C. I.No.71 100) which is the peri non pigment of the section 0.5 It mixes on the pigment agent and machine target of a formula (VI) which are manufactured according to the example 1 of the section.

[0050] Opaquely, the pigment compound which gives the coating film colored strongly to AM coating is obtained. A rheology is evaluated by 5 and viscosity is 3.7s.

Example 2400 It introduces into the container which can agitate o-dichlorobenzene of the section first, and is the perylene of the 40.5 sections. - 3, 4, 9, and 10-tetracarboxylic acid 1 anhydride monomethyl imide are introduced, and N of the 52.1 sections and N-diethylamino propylamine are added. Subsequently, this mixture is heated at 150 degrees C, and it agitates by 150 ** for 5 hours. Subsequently, it cools to 100 **, and o-dichlorobenzene is distilled using a steam. After cooling at 60 degrees C, suction filtration of the pigment agent is carried out, and it washes with water, and neutralizes, and dries at 80 degrees C.

[0051] The pigment agent of the formula (VI) of the 50.6 sections is obtained.

分析：計算値：8.1 %N

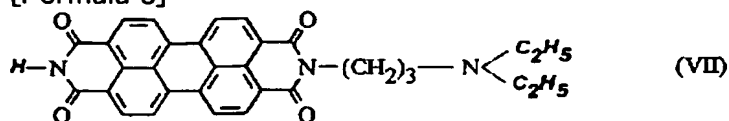
実測値：8.1 %N

The pigment manufactured according to example 1a of the two aexample 18 section is mixed on the pigment agent and machine target to which it is expressed with the formula (VI) manufactured according to the example 2 of the two sections.

[0052] The pigment compound which uses as a base material the transparent C eye pigment red 179 which gives the coating film colored strongly to AM coating is obtained. A rheology is evaluated by 5 and viscosity is 5.2s. The fastness to over coating and the fastness to a solvent are very good. When not adding a pigment agent, a coating film has remarkably weak coloring. A rheology is evaluated by 1, and since viscosity is high, in Viscospatula, it cannot measure any longer.

Example 3 [0053]

[Formula 8]



[0054] 300 Introduce the water of the section into an autoclave first and it is the perylene of the 15.6 sections. - 3, 4, 9, and 10-tetracarboxylic acid 1 anhydride mono-imide are introduced, and N of the 20.8 sections and N-diethylamino propylamine are added. Subsequently, this mixture is heated under pressurization at 150 **, and it agitates by 150 ** for 5 hours. After cooling at 25 degrees C, suction filtration of the pigment agent is carried out, and it washes with water, and neutralizes, and dries at 80 degrees C.

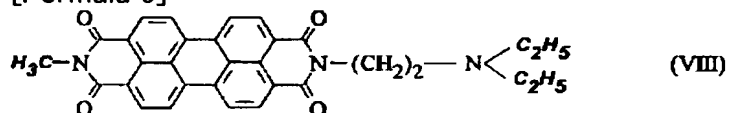
[0055] Formula of the 18.1 sections (VII) A pigment agent is obtained.

analysis: — calculated—value: — 74.0%C, 5.0 %H, 8.3 %N, and 12.7%O actual measurement: — 73.9%C, 5.4 %H, 8.4 %N, and 13.1%O example three a9.5 the C eye pigment violet 19 (C. I.No.73 900) which is the quinacridone pigment of the section — 0.5 Formula (VII) manufactured according to the example 3 of the section It mixes with a pigment agent on a machine target.

[0056] Transparently, the pigment compound which gives the coating film colored strongly to AM coating is obtained. A rheology is evaluated by 5 and viscosity is 4.0s.

Example 4 [0057]

[Formula 9]



[0058] 150 Introduce into the container which can agitate N of the section, and N-diethylamino ethylamine first, and it is the perylene of the 10.1 sections. - 3, 4, 9, and 10-tetracarboxylic acid 1 anhydride monomethyl imide are introduced. Subsequently, this mixture is heated to 140 **, and it agitates by 140 ** for 2 hours. It is 100 after cooling at 25 degrees C. The water of the section is added and suction filtration of the pigment agent is carried out, and it washes with water and neutralizes. It is this filter cake 200 It introduces into the potassium hydroxide solution of 1% concentration of the section, this mixture is heated at 90 degrees C, and it agitates at this temperature for 1 hour. Subsequently, the hot water potassium oxide solution of concentration washes 1% until it carries out suction filtration of this solid at 90 degrees C and a distillate becomes colorlessness. Subsequently, a pigment agent is washed with water, and it neutralizes, and dries at 80 degrees C.

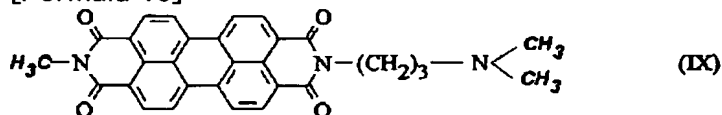
[0059] The pigment agent of the formula (VIII) of the 11.7 sections is obtained.

analysis: — calculated—value: — 74.0%C, 5.0 %H, 8.4 %N, and 12.7%O actual measurement: — the C eye pigment red 149 (C. I.No.71 137) which is the perylene pigment of 74.5%C, 5.3 %H, 8.3 %N, and the four a12.9%O example 19 section is mixed on the pigment agent and machine target of a formula (VIII) which are manufactured according to the example 4 of the one section.

[0060] Transparently, the pigment compound which gives the coating film colored strongly to AM coating is obtained. Dispersibility is very good.

Example 5 [0061]

[Formula 10]



[0062] 785 the perylene -3 of the 50 sections of the condition of the filter cake which introduced into the container which can agitate the water of the section first, and carried out humidity, 4 and 9, and 10-tetracarboxylic acid 1 anhydride Monod N'.N'- It introduces, agitating dimethylaminopropyl imide and this mixture is cooled at 0-5 degrees C. It is dropped pouring the monomethylamine water solution of 40% concentration of the 83.9 sections on this suspension

for 10 minutes at 0–5 degrees C, and adds. This mixture is agitated for 15 more minutes at 0–5 degrees C. It is dropped covering the solution of the anhydrous salt-sized calcium of the 28.3 underwater sections of the 94.3 sections over the solution obtained for 15 minutes at 0–5 degrees C, and this mixture is agitated at 0–5 degrees C for 1 hour. It agitates at 75 degrees C for 2 hours until it heats this suspension at about 75 degrees C and ring closure is completed. The formic acid of concentration is dropped at this temperature 98%, and it adds after cooling at 50 degrees C until pH is set to 7. It washes with water until it agitates this mixture for 30 minutes at 50 degrees C, and it carries out suction filtration of the pigment agent obtained and chloride ion is lost.

[0063] 181.4 The filter cake containing the pigment agent of 25.2% of formula (IX) of the section is obtained.

分析：計算値：8.6 %N

実測値：8.1 %N

¹H – And ¹³C-NMR A spectrum is in agreement with the above-mentioned structure expression.

It introduces into the container which can agitate the water of the five aexample 1030 section first, and is 32.4% of perylene. – 3, 4, 9, and 140.6 containing 10-tetracarboxylic dianhydride It introduces agitating the filter press cake of the section. After cooling at 0–5 degrees C, it is dropped pouring the monomethylamine water solution of 40.0% concentration of the 94.4 sections for 10 minutes, and adds. This mixture is agitated for 15 more minutes at 0–5 degrees C. It is dropped covering the solution of the anhydrous salt-sized calcium of the 25.5 underwater sections of the 85 sections over the solution obtained for 15 minutes at 0–5 degrees C, and mixture is agitated at 0–5 degrees C for 1 hour. It agitates at 80 degrees C for 1 hour until it heats this suspension at 80 degrees C and ring closure is completed. Subsequently, the pigment agent of a formula (IX) and 100 which are manufactured according to the example 5 of 25.2% purity of the 21 sections The suspension containing the water of the section is added. 166 The isobutanol of 100 % purity of the section is dropped, and in addition, agitate this mixture in the boiling point for 2 hours, and distill off isobutanol to 100 ** in the transition point. The formic acid of concentration is dropped at this temperature 98%, and it adds after cooling at 50 degrees C until pH is set to 7. This mixture is agitated for 30 minutes at 50 degrees C, and suction filtration of the pigment obtained is carried out, it washes with water until chloride ion is lost, and it dries in a recirculating-air cabinet at 80 degrees C.

[0064] The pigment compound which uses the C eye pigment red 179 of the 52.6 sections as a base material is obtained. The coating film colored transparently strongly is obtained by HS coating. It is colored strongly and the metallic coating film is clear.

Example 6150 It introduces into the container which can agitate N of the section, and N-dimethylamino propylamine first, and is the perylene of the 10.1 sections. – 3, 4, 9, and 10-tetracarboxylic acid 1 anhydride monomethyl imide are introduced. Subsequently, this mixture is heated to 125 **, and it agitates by 125 ** for 5 hours. It is 250 after cooling at 25 degrees C. The water of the section is added and suction filtration of the pigment agent is carried out, and it washes with water and neutralizes. It is this filter cake 200 It introduces into the potassium hydroxide solution of 1% concentration of the section, and this mixture is heated at 90 degrees C, and it agitates at this temperature for 1 hour. Subsequently, the hot water potassium oxide solution of concentration washes 1% until it carries out suction filtration of this solid at 90 degrees C and a distillate becomes colorlessness. Subsequently, it washes with water, and neutralizes and dries at 80 degrees C.

[0065] The pigment agent of the formula (IX) of the 10.4 sections is obtained.

analysis: — calculated-value: — 73.6%C, 4.7 %H, 8.6 %N, and 13.2%O actual measurement: — 613.5 which introduces into the container which can agitate the water of 74.3%C, 4.6 %H, 8.4 %N, and the six a12.6%O example 4600 section first, and contains 32.0% of perylene –3, 4 and 9, and 10-tetracarboxylic dianhydride It introduces agitating the filter cake of the section. It is 420, after adding the aquosity rosin soap of 50% concentration with which the 21.4 sections are

marketed to this suspension and cooling at 0–5 degrees C. It is dropped pouring the monomethylamine water solution of 40.0% concentration of the section for 10 minutes, and adds. This mixture is agitated for 15 more minutes at 0–5 degrees C. To the solution obtained, it is 377. Underwater 113.2 of the section It is dropped covering the solution of the anhydrous salt-ized calcium of the section for 15 minutes at 0–5 degrees C, and this mixture is agitated at 0–5 degrees C for 1 hour. It agitates at 80 degrees C for 2 hours until it heats this suspension at 80 degrees C and ring closure is completed. The formic acid of concentration is dropped at this temperature 98%, and it adds after cooling at 50 degrees C until pH is set to 7. This mixture is agitated for 30 minutes at 50 degrees C, and suction filtration of the pigment obtained is carried out, it washes with water until chloride ion is lost, and it dries in a recirculating-air cabinet at 80 degrees C.

[0066] 218 The C eye pigment red 179 of the section is obtained. 9.5 It is the above-mentioned pigment of the section 0.5 It mixes on the pigment agent and machine target of a formula (IX) which are manufactured according to the example 6 of the section. The pigment compound which uses as a base material the C eye pigment red 179 which gives the coating film colored transparently strongly to AM coating is obtained. A rheology is evaluated by 5 and viscosity is 3.5s. The fastness to over coating is very good.

[0067] When not adding a pigment agent, a coating film is lusterless weak coloring.

The water of the example 71500 section is first introduced into an autoclave, and it is 101.3.

Perylene of the section – 3, 4, 9, and 10–tetracarboxylic acid 1 anhydride monomethyl imide are introduced, and N of the 51.1 sections and N–dimethylamino propylamine are added.

Subsequently, this mixture is heated under pressurization at 150 **, and it agitates by 150 ** for 5 hours. After cooling at 25 degrees C, suction filtration of the pigment agent is carried out, and it washes with water, and neutralizes, and dries at 80 degrees C.

[0068] 342.5 containing the pigment agent of 35.3% of formula (IX) The filter cake of the section is obtained.

13.1%O analysis: — calculated-value: — 73.6%C, 4.7 %H, and 8.6 %N — Actual measurement:

72.6%C, 5.5 %H, 8.3 %N, and 14.1%O example seven a189 The water of the section is first

introduced into an autoclave. 32.0% of perylene – The filter cake of the 3, 4, 9, and 85.9 containing 10–tetracarboxylic dianhydride sections is introduced, and it is 2.5. The aqueous ammonia solution of 25.0% concentration of the aqueous rosin soap of 50% concentration with which the section is marketed, and the 27.5 sections is added continuously. Subsequently, this mixture is heated under pressurization at 130 **, and it agitates by 130 ** for 3 hours. It is pH by adding the hydrochloric acid of 10% concentration of the 20.0 sections, after cooling at 25 degrees C 1.5 It carries out. Subsequently, suction filtration of the pigment is carried out, and it washes with water and neutralizes.

[0069] 126.5 containing 23.2% of C eye pigment violet 29 (C. I.No.71 129) The filter cake of the section is obtained. 2.8 containing the pigment agent of the formula (IX) manufactured according to this filter cake of the 38.6 sections, and 35.3% of example 7 The section carries out filter cake mixing, and this mixture is dried at 80 degrees C. The pigment compound of the ten sections is obtained.

[0070] The coating film colored opaquely and strongly is obtained by AM coating. A rheology is evaluated by 5 and viscosity is 4.0s.

It introduces into the container which can agitate the water of the seven example 1141 section first, and is perylene. – 3, 4, 9, and 148.4 of 10–tetracarboxylic dianhydride The filter cake and perylene of 32% purity of the section – 3, 4, 9, 10–tetracarboxylic acid 1 anhydride Monod N and N – It introduces continuously, agitating the filter cake of 23.4% purity of the 10.7 sections of dimethyl-aminopropyl imide. This suspension is cooled at 0–5 degrees C, and it is 104.9. It is dropped pouring the monomethylamine water solution of 40.0% concentration of the section for 10 minutes at this temperature, and adds. This mixture is agitated for 15 more minutes at 0–5 degrees C. It is dropped covering the solution of the anhydrous salt-ized calcium of the 28.3 underwater sections of the 94.3 sections over the solution obtained for 15 minutes at 0–5 degrees C, and this mixture is agitated at 0–5 degrees C for 1 hour. This suspension is heated at 80 degrees C, and it agitates at 80 degrees C for 1 hour until ring closure is completed. The

formic acid of concentration is dropped at this temperature 98%, and it adds after cooling at 50 degrees C until pH is set to 7. This mixture is agitated for 30 minutes at 50 degrees C, and suction filtration of the pigment compound obtained is carried out, it washes with water until chloride ion is lost, and it dries in a recirculating-air cabinet at 80 degrees C.

[0071] The pigment compound which uses the C eye pigment red 179 of the 53.0 sections as a base material is obtained. The pigment agent in this pigment compound has the structure of a formula (IX). The coating film colored transparently and strongly is obtained by PUR coating. It introduces into the container which can agitate the water of the 7cexample 1144 section first, and is perylene. - 3, 4, 9, and 156.3 of 10-tetracarboxylic dianhydride The filter cake of 32% purity of the section, and 4.5 It adds agitating the water solution (28% of activity compound contents) of the sodium salt of the alkyl-sulfuric-acid half ester of the section. This suspension is cooled at 0-5 degrees C, and it is 104.9. It is dropped pouring the monomethylamine water solution of 40.0% concentration of the section for 10 minutes at this temperature, and adds. This mixture is agitated for 15 more minutes at 0-5 degrees C. It is dropped covering the solution of the anhydrous salt-ized calcium of the 28.3 underwater sections of the 94.3 sections over the solution obtained for 15 minutes at 0-5 degrees C, and this mixture is agitated at 0-5 degrees C for 1 hour. Subsequently, 7.1 of the pigment agent of the formula (IX) manufactured according to the example 7 The filter cake of 35.3% purity of the section is added. This mixture is agitated for 15 more minutes at 0-5 degrees C. This suspension is heated at 80 degrees C, and it agitates at 80 degrees C for 1 hour until ring closure is completed. Subsequently, 2.5 The barium sulfate of the section is added and this mixture is agitated at 80 degrees C for 1 hour. The formic acid of concentration is dropped at this temperature 98%, and it adds after cooling at 50 degrees C until pH is set to 7. This mixture is agitated for 30 minutes at 50 degrees C, and suction filtration of the pigment compound obtained is carried out, it washes with water until chloride ion is lost, and it dries in a recirculating-air cabinet at 80 degrees C. The pigment compound which uses the C eye pigment red 179 of the 59.1 sections as a base material is obtained.

[0072] The coating film colored opaquely and strongly is obtained by AM coating. A rheology is evaluated by 5 and viscosity is 4.8s.

Example 7d524 It introduces into the container which can agitate the water of the section first, and is perylene. - It introduces agitating the filter cake of 32.5% purity of the 70.1 sections of 3, 4, 9, and 10-tetracarboxylic dianhydride. 2.5 Add the aqueous rosin soap of 50% concentration with which the section is marketed to this suspension, and it is dropped pouring the water solution of the monomethylamine of 40.0% concentration of the 48.0 sections for 10 minutes, and add, after cooling at 0-5 degrees C. This mixture is agitated for 15 more minutes at 0-5 degrees C. It is dropped covering the solution of the anhydrous salt-ized calcium of the 12.9 underwater sections of the 43.1 sections over the solution obtained for 15 minutes at 0-5 degrees C, and this mixture is agitated at 0-5 degrees C for 1 hour. It agitates at 80 degrees C for 2 hours until it heats this suspension at 80 degrees C and ring closure is completed. The formic acid of concentration is dropped at this temperature 98%, and it adds after cooling at 50 degrees C until pH is set to 7. Subsequently, 3.5 of the pigment distribution object of the formula (IX) manufactured according to an example 7 The filter cake of 35.3% purity of the section, the filter cake of 10.9% purity of the 11.4 sections of the C eye pigment violet 29 manufactured by making it re-sediment from concentrated sulfuric acid, and the isobutanol of 100 % purity of the 75 sections are added continuously. This mixture is heated at the boiling point, and it agitates in the boiling point for 2 hours. Subsequently, azeotropic distillation of the isobutanol is carried out to 100 ** in the transition point. After cooling at 50 degrees C, suction filtration of the pigment compound obtained is carried out, and it washes with water until chloride ion is lost, and dries in a recirculating-air cabinet at 80 degrees C.

[0073] The pigment compound which uses the C eye pigment red 179 of the 27.6 sections and the C eye pigment violet 29 as a base material is obtained. The coating film colored transparently and strongly is obtained by AM coating in a deep color tone. A rheology is evaluated by 5 and viscosity is 4.8s.

It introduces into the container which can agitate the water of the seven eexample 1170 section first, and is perylene. - 3, 4, 9, and 140.6 of 10-tetracarboxylic dianhydride The filter press cake

of 32% purity of the section, perylene of the 50 sections – 3, 4, 9, 10-tetracarboxylic acid 1 anhydride mono-imide (25% purity), and 5.3 It introduces agitating the aqueous rosin soap of 50% concentration with which the section is marketed. After cooling at 0–5 degrees C, it is dropped pouring the water solution of the monomethylamine of 40.0% concentration of the 94.4 sections for 10 minutes, and adds. This mixture is agitated for 15 more minutes at 0–5 degrees C. It is dropped covering the solution of the anhydrous salt-sized calcium of the 25.5 underwater sections of the 94 sections over the solution obtained for 15 minutes at 0–5 degrees C, and this mixture is agitated at 0–5 degrees C for 1 hour. It agitates at 80 degrees C for 1 hour until it heats this suspension at 80 degrees C and ring closure is completed. The formic acid of concentration is dropped at this temperature 98%, and it adds until pH is set to 7. Subsequently, 2.8 The pigment distribution object of the formula (IX) manufactured according to the example 7 of the section is added. Subsequently, 168 The isobutanol of 100 % purity of the section is dropped, in addition, this mixture is agitated in the boiling point for 2 hours, and azeotropic distillation of the isobutanol is carried out to 100 ** in the transition point. This mixture is agitated for 30 minutes at 50 degrees C, and suction filtration of the pigment compound obtained is carried out, it washes with water until chloride ion is lost, and it dries in a recirculating-air cabinet at 80 degrees C.

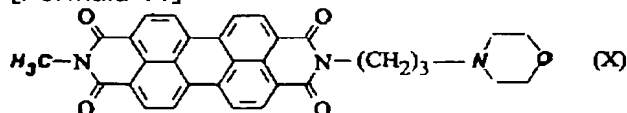
[0074] The pigment compound which uses the pigment red 179 of the 59.1 sections as a base material is obtained. The transparent coating film which has the color tone of chestnut brown is obtained by AM coating.

The pigment agent of the formula (IX) manufactured according to the example 7 of the C eye pigment violet 19 of beta-phase of 7f 3.42 sections of examples and the 0.18 sections is continuously introduced into the aromatic series content alkyd melamine resin paint of 35% concentration of the 26.4 sections (AM paint), and it is 3mm of the 85 sections in a plastics beaker. The glass bead of a diameter is made to distribute for 60 minutes with a paint shaker. Subsequently, the mixture which the 60 sections prepared is added and this mixture is distributed for 3 minutes with a paint shaker. Subsequently, coating of the full shade is sifted out from a grinding body.

[0075] The coating film colored transparently and strongly is obtained by very good gloss.

Example 8 [0076]

[Formula 11]



[0077] It introduces into the container which can agitate the N-3-aminopropyl morpholine of the 95 sections first, and, subsequently is 5.1. Perylene of the section – 3, 4, 9, and 10-tetracarboxylic acid 1 anhydride monomethyl imide are introduced. Subsequently, this mixture is heated to 150 **, and it agitates by 150 ** for 1 hour. Subsequently, it cools to 100 ** and is 100. The water of the section is added. After cooling at 60 degrees C, suction filtration of the pigment agent is carried out, and it washes with water, and neutralizes, and dries at 80 degrees C.

[0078] 6.5 The pigment agent of the formula (XI) of the section is obtained.

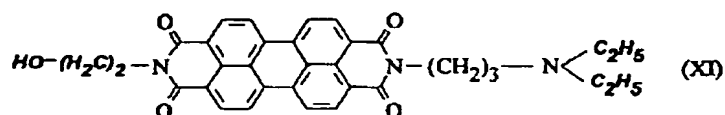
analysis: — calculated-value: — 72.3%C, 4.7 %H, 7.9 %N, and 15.0%O actual measurement: — 71.9%C, 3.8 %H, 8.0 %N, and 14.6%O 1H- And 13 C-NMR A spectrum is in agreement with the above-mentioned structure expression.

Example eight a9.5 It is the C eye pigment violet 19 which is the quinacridone pigment of the section 0.5 Formula manufactured according to the example 8 of the section (X) It mixes with a pigment agent on a machine target.

[0079] The pigment compound which gives the coating film colored transparently and strongly to AM coating is obtained. A rheology is evaluated by 5 and viscosity is 4.9s.

Example 9 [0080]

[Formula 12]



[0081] 348 Introduce the water of the section into an autoclave first and it is the perylene of the 17.4 sections. - 3, 4, 9, and 10-tetracarboxylic acid 1 anhydride mono-hydroxyethyl imide are introduced, and N of the 10.5 sections and N-diethylamino propylamine are added. Subsequently, this mixture is heated under pressurization at 150 **, and it agitates by 150 ** for 5 hours. After cooling at 25 degrees C, suction filtration of the pigment agent is carried out, and it washes with water and neutralizes. It is this filter cake 400 It introduces into the potassium hydroxide solution of 1% concentration of the section, this mixture is heated at 90 degrees C, and it agitates at this temperature for 1 hour. Subsequently, suction filtration of this solid is carried out at 90 degrees C, and the hot water potassium oxide solution of concentration washes 1% until a distillate becomes colorless. Subsequently, it washes with water, and neutralizes and dries at 80 degrees C.

[0082] The pigment agent of the formula (XI) of the 18.0 sections is obtained.

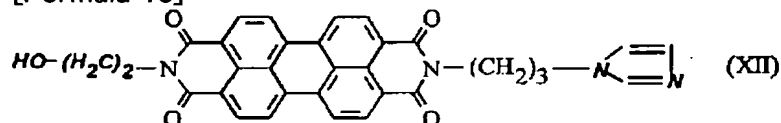
analysis: — calculated—value: — 72.4%C, 5.3 %H, 7.7 %N, and 14.6%O actual measurement: — 72.5%C, 5.4 %H, 7.8 %N, and 14.6%O 1H- And 13 C-NMR A spectrum is in agreement with the above-mentioned structure expression.

The pigment agent of the formula (XI) manufactured according to the example 9 of the pigment manufactured according to example 6a of the nine aexample 19 section and the one section is mixed mechanically.

[0083] The pigment compound which uses as a base material the C eye pigment red 179 which gives the coating film colored transparently and strongly to PUR coating is obtained. The metallic coating film is clear and its coloring is strong. The coating film colored transparently and strongly is obtained by PE coating. Here, the metallic coating film is colored strongly.

Example 10 [0084]

[Formula 13]



[0085] 348 Introduce the water of the section into an autoclave first and it is the perylene of the 17.4 sections. - 3, 4, 9, and 10-tetracarboxylic acid 1 anhydride mono-hydroxyethyl imide are introduced, and it is 1 of the 10.0 sections. - (3- aminopropyl) An imidazole is added.

Subsequently, this mixture is heated under pressurization at 150 **, and it agitates by 150 ** for 5 hours. After cooling at 25 degrees C, suction filtration of the pigment agent is carried out, and it washes with water and neutralizes. It is this filter cake 500 It introduces into the water of the section and is 0.4. This mixture is heated at 90 degrees C, adding the sodium-hydroxide solution of 10% concentration of the section, and using pH as 8-9, and it agitates at this temperature for 1 hour. Subsequently, suction filtration of the pigment agent is carried out at 90 degrees C, and it washes with water, and neutralizes, and dries at 80 degrees C.

[0086] Formula of the 21.1 sections (XII) A pigment agent is obtained.

analysis: — calculated—value: — 70.9%C, 4.1 %H, 10.3%N, and 14.8%O actual measurement: — 71.7%C, 4.2 %H, 10.0%N, and 15.4%O 1H- And 13 C-NMR A spectrum is in agreement with the above-mentioned structure expression.

Example ten a9.5 It is the C eye pigment violet 19 of the section 0.5 Formula manufactured according to the example 10 of the section (XII) It mixes with a pigment agent on a machine target.

[0087] The pigment compound which gives the coating film colored transparently and strongly to AM coating is obtained. A rheology is evaluated by 5 and viscosity is 5.2s. The coating film colored transparently and strongly is obtained by PUR coating. The metallic coating film is colored vividly and strongly.

Formula manufactured according to the example 10 of the C eye pigment red 179 manufactured according to example 6a of the ten bexample 19 section, and the 0.5 sections (XII) A pigment agent and 0.5 The pigment agent of the formula (IX) manufactured according to the example 6 of the section is mixed mechanically.

[0088] The pigment compound which gives the coating film colored transparently and strongly to AM coating is obtained. A rheology is evaluated by 5 and viscosity is 3.4s. The fastness to over coating is very good. The coating film colored transparently and strongly is obtained by PUR coating.

[Translation done.]

* NOTICES *

JPO and NCIP are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. *** shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

CORRECTION OR AMENDMENT

[Kind of official gazette] Printing of amendment by the convention of 2 of Article 17 of Patent Law

[Section partition] The 3rd partition of the 3rd section

[Publication date] September 2, Heisei 17 (2005. 9.2)

[Publication No.] JP,11-166128,A

[Date of Publication] June 22, Heisei 11 (1999. 6.22)

[Application number] Japanese Patent Application No. 10-56934

[The 7th edition of International Patent Classification]

C09B 67/22
B05D 7/24
C08K 5/3437
C09B 67/20
C09D 7/12
C09D 11/00
// C09B 5/62

[FI]

C09B 67/22 D
B05D 7/24 303 E
C08K 5/3437
C09B 67/20 Z
C09B 67/20 L
C09D 7/12
C09D 11/00
C09B 5/62

[Procedure revision]

[Filing Date] February 24, Heisei 17 (2005. 2.24)

[Procedure amendment 1]

[Document to be Amended] Specification

[Item(s) to be Amended] 0038

[Method of Amendment] Modification

[The contents of amendment]

[0038]

172.3 The C eye pigment red 179 (C. I.No.71 130) of the section is obtained. The above-mentioned pigment of the 19 sections is mixed on the pigment agent and machine target to which it is expressed with the formula (VI) of the one section manufactured according to an example 1.

The pigment compound which gives the coating film colored transparently strongly to AM coating is obtained. a rheology is evaluated to 5 — having — and viscosity — 13.6s it is . The fastness to over coating and the fastness to a solvent are very good.

[Procedure amendment 2]

[Document to be Amended] Specification

[Item(s) to be Amended] 0078

[Method of Amendment] Modification

[The contents of amendment]

[0078]

6.5 Formula of the section (X) A pigment agent is obtained.

analysis: — calculated—value: — 72.3%C, 4.7 %H, 7.9 %N, and 15.0%O

Actual measurement: 71.9%C, 3.8 %H, 8.0 %N, and 14.6%O

¹H – And ¹³C–NMR A spectrum is in agreement with the above-mentioned structure expression.

Example 8a

9.5 It is the C eye pigment violet 19 which is the quinacridone pigment of the section 0.5

Formula manufactured according to the example 8 of the section (X) It mixes with a pigment agent on a machine target.

[Translation done.]